



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV VÝROBNÍCH STROJŮ, SYSTÉMŮ A ROBOTIKY

INSTITUTE OF PRODUCTION MACHINES, SYSTEMS AND ROBOTICS

NÁVRH VHODNÉHO ETALONU DÉLKY PRO OBLAST NANOMETROLOGIE NA PRACOVÍŠTÍCH ČMI BRNO A CEITEC BRNO

DESIGN OF A SUITABLE LENGTH STANDARD FOR NANOMETOLOGY AT THE CMI BRNO AND CEITEC
BRNO

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Jakub Češek

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jan Šrámek

BRNO 2019

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav výrobních strojů, systémů a robotiky
Student:	Bc. Jakub Češek
Studijní program:	Strojní inženýrství
Studijní obor:	Kvalita, spolehlivost a bezpečnost
Vedoucí práce:	Ing. Jan Šrámek
Akademický rok:	2018/19

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Návrh vhodného etalonu délky pro oblast nanometrologie na pracovištích ČMI Brno a CEITEC Brno

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Rozvoj nanotechnologií je provázen rostoucími nároky na měření v oblasti nanometrologie. Z tohoto důvodu je kladen požadavek ze strany akreditovaných laboratoří ČMI Brno a CEITEC Brno na vytvoření vhodného etalonu délky, který by byl využit pro metrologickou návaznost přístrojů nano-CT Rigaku a nano-CMM SIOS. Jedná se o přístroje, které se využívají pro přesná délková měření v oblasti nanometrologie.

Cíle diplomové práce:

Analýza současného stavu.

Popis jednotlivých přístrojů, princip, funkce, výhody, nevýhody jednotlivých metod měření.

Analýza požadavků na metrologickou návaznost obou přístrojů.

Požadavky na hmotný délkový etalon použitelný v praxi.

Návrh možného technického řešení.

Vytvoření 3D modelu etalonu včetně 3D tisku.

Ověření rozměrové kompatibility 3D modelu.

Vyhodnocení souboru ověřovacích měření na obou přístrojích.

Seznam doporučené literatury:

SEGGELEN, van, Johan K. NanoCMM: a 3D coordinate measuring machine with low moving mass for measuring small products in array with nanometer uncertainty. Eindhoven: Technische Universiteit Eindhoven, 2007. ISBN 90-386-2629-0.

LEACH, Robert. Fundamental principles of engineering nanometrology, Micro and Nano Technologies Series. Edition 2. Oxford, Velká Británie: Elsevier – druhé vydání, 2014. ISBN 978-1-4557-7753-2.

ŠRÁMEK, Jan. Nejistoty měření přesných délkových měření II. Diplomová práce. Brno: VUT FSI – ÚVSSR, 2011.

EA 4/02:2013. Vyjadřování nejistot měření při kalibracích (Expressions of the Uncertainty of Measurements in Calibration (previously EAL- R2)). Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2013. 74 stran.

TNI 01 0115:2009. Mezinárodní metrologický slovník - Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny (VIM). Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2009. 90 stran. Třídící znak 83031.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2018/19

V Brně, dne

L. S.

doc. Ing. Petr Blecha, Ph.D.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá návrhem vhodného etalonu délky pro oblast nanometrologie. Tento etalon délky bude sloužit pro metrologickou návaznost přístroje Rigaku nano3DX umístěným na pracovišti CEITEC Brno a přístroje SIOS NMM-1, který je umístěn na pracovišti ČMI Brno. První část je zaměřena na popis těchto měřicích přístrojů, analýze požadavků na jejich metrologickou návaznost a požadavků na hmotný délkový etalon. Druhá část je věnována konkrétním možnostem návrhu etalonu, 3D tisku prototypu etalonu a ověření jeho rozměrové kompatibility. V závěru práce je provedeno vyhodnocení a volba vhodného návrhu etalonu.

ABSTRACT

The thesis deals with the design of a suitable length standard for nanometrology. This length standard will be used for metrological traceability of the Rigaku nano3DX located at CEITEC Brno and the SIOS NMM-1 device which is located at ČMI Brno. The first part is focused on the description of these measuring instruments, the analysis of their metrological traceability requirements and the requirements for the material length standard. The second part is devoted to the concrete possibilities of the etalon design, 3D printing of the prototype of the standard and verification of its dimensional compatibility. At the end of the thesis, the evaluation and selection of the appropriate standard design is made.

KLÍČOVÁ SLOVA

Etalon, artefakt, akreditace, metrologická návaznost, nano-CMM, SIOS NMM-1, nano-CT, Rigaku nano3DX, ISO 10360-2:2009, ISO/IEC 17025:2017.

KEYWORDS

Standard, artifact, accreditation, metrological traceability, nano-CMM, SIOS NMM-1, nano-CT, Rigaku nano3DX, ISO 10360-2:2009, ISO/IEC 17025:2017.

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

ČEŠEK, Jakub. *Návrh vhodného etalonu délky pro oblast nanometrologie na pracovištích ČMI Brno a CEITEC Brno*. Brno, 2019. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/117485>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav výrobních strojů, systémů a robotiky. Vedoucí práce Jan Šrámek.

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji svému vedoucímu diplomové práce Ing. Janu Šrámkovi za jeho odborné vedení, cenné rady, podklady, ochotu a vstřícnost, kterou mi věnoval během psaní této práce.

ČESTNÉ PROHLÁŠ ENÍ

Prohlašuji, že tato práce je mým původním dílem, zpracoval jsem ji samostatně pod vedením Ing. Jana Šrámka a s použitím literatury uvedené v seznamu.

V Brně dne 24. 5. 2019

.....
Bc. Češek Jakub

OBSAH

1	ÚVOD	15
2	ANALÝZA SOUČASNÉHO STAVU	17
3	FORMULACE PROBLÉMU	19
4	ŘEŠERŠE ZÁKLADNÍCH POJMŮ	21
4.1	Oblast metrologie.....	21
4.1.1	Akreditace a akreditační systém ČR.....	24
4.2	Nanotechnologie a nanometrologie	24
4.2.1	Etalony délky pro oblast nanometrologie	25
4.2.2	Podmínky měření.....	26
4.3	Rentgenová počítačová tomografie	26
4.3.1	Tomografie v metrologii.....	26
4.3.2	Průmyslové rentgenové tomografy.....	26
5	PŘÍSTROJE LABORATOŘE CEITEC BRNO A ČMI BRNO	29
5.1	Rigaku nano3DX	29
5.1.1	Princip funkce Rigaku nano3DX.....	29
5.2	SIOS NMM-1	30
5.2.1	Princip funkce SIOS NMM-1	31
5.3	Výhody a nevýhody jednotlivých metod měření	33
6	ANALÝZA POŽADAVKŮ NA METROLOGICKOU NÁVAZNOST OBOU PŘÍSTROJŮ A NA HMOTNÝ DÉLKOVÝ ETALON POUŽITELNÝ V OBLASTI NANOMETROLOGIE	35
6.1	Metrologická návaznost akreditovaných laboratoří z pohledu normy ČSN EN ISO/IEC 17025:2018 Všeobecné požadavky na kompetenci zkušebních a kalibračních laboratoří	35
6.1.1	Stanovení metrologické návaznosti	35
6.1.2	Prokazování metrologické návaznosti	35
6.2	Metrologická návaznost přístrojů SIOS NMM-1 a Rigaku nano3DX	36
6.2.1	ČSN EN ISO 10360-2:2010	36
6.3	Požadavky na hmotný délkový etalon použitelný v oblasti nanometrologie.....	38
6.3.1	Typy hmotných etalonů délky (artefaktů) dle ČSN EN ISO 10360-2:2010 ...	38
6.4	Shrnutí.....	39
7	NÁVRH TECHNICKÉHO ŘEŠENÍ ETALONU DÉLKY	41
7.1	Artefakt pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm přístroje Rigaku nano3DX	41
7.1.1	3D model	43
7.1.2	Reálný model	43
7.2	Artefakt pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm přístroje Rigaku nano3DX	44
7.2.1	3D modely	45
7.2.2	3D tisk.....	45
7.3	Shrnutí.....	46
8	OVĚŘENÍ ROZMĚROVÉ KOMPATIBILITY 3D MODELŮ A OVĚŘOVACÍ MĚŘENÍ NÁVRHŮ ARTEFAKTŮ	49
8.1	Ověřovací měření artefaktu pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm přístroje Rigaku nano3DX	49
8.1.1	Měření přístrojem SIOS NMM-1	49

8.1.2	Měření přístrojem Rigaku nano3DX.....	50
8.1.3	Diskuze.....	51
8.2	Ověření rozměrové kompatibility artefaktu pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm přístroje Rigaku nano3DX a jeho ověřovací měření.....	52
8.2.1	Ověření rozměrové kompatibility vytisknutého 3D modelu – prototypu	52
8.2.2	Ověřovací měření	53
8.2.3	Diskuze.....	54
9	VYHODNOCENÍ SOUBORU OVĚŘOVACÍCH MĚŘENÍ NA OBOU PŘÍSTROJÍCH	57
10	ZÁVĚR.....	59
11	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	61
12	SEZNAM TABULEK, OBRÁZKŮ, ZKRATEK.....	65
12.1	Seznam tabulek.....	65
12.2	Seznam obrázků.....	65
12.3	Seznam zkratk.....	67
13	SEZNAM PŘÍLOH.....	69

1 ÚVOD

Neustálý vývoj nanotechnologie je v poslední době možné vidět v několika oblastech vědy a techniky. Pojem nano vyjadřuje násobek – jednu miliardtinu základní délky (10^{-9}). Nanometrologie je vědeckotechnická disciplína, která se zabývá měřením fyzikálních veličin v nano měřítku a je nezbytnou složkou pro vývoj nanotechnologií. Tato diplomová práce se zabývá návrhem vhodného etalonu délky pro oblast nanometrologie na pracovištích ČMI Brno a CEITEC Brno. Konkrétně se jedná o úsek kalibrační laboratoře primární nanometrologie ČMI Brno a zkušební laboratoře rentgenové počítačové mikro a nano tomografie CEITEC Brno.

Oddělení nanometrologie ČMI Brno se věnuje výzkumu a poskytování služeb v oboru rozdílných fyzikálních veličin ve velmi vysokém rozlišení. Na tomto pracovišti se mimo jiné nachází velmi přesný souřadnicový měřicí stroj SIOS NMM-1, který umožňuje měření součástí v řádech nm s rozlišením 0,1 nm (naon-CMM). Výzkumný tým rentgenové počítačové mikro a nano tomografie CEITEC Brno se zabývá experimentálním výzkumem v oblasti rentgenové mikro a nano tomografie. Vybavení laboratoře CEITEC Brno zahrnuje rentgenový mikroskop Rigaku nano3DX, který je schopný tvořit 3D snímky vzorků s vysokým prostorovým rozlišením. Díky tomuto rozlišení dokáže Rigaku nano3DX měřit na úrovni několika stovek nanometrů (nano-CT). Vhodný etalon délky bude tak sloužit pro metrologickou návaznost těchto dvou měřicích přístrojů.

Diplomová práce je na začátku tvořena rešerší základních pojmů z oblasti metrologie a počítačové tomografie. Dále se zaměřuje na popis výše uvedených měřicích přístrojů, analýze požadavků na jejich metrologickou návaznost a analýze požadavků hmotného délkového etalonu pro oblast nanometrologie. Následující část je pak věnována konkrétním možnostem návrhu etalonu, jeho 3D tisku a ověření rozměrové kompatibility prototypu etalonu. V závěru práce je vyhodnocení ověřovacího měření navrhnutého etalonu délky.

Motivací autora k vypracování této diplomové práce je jednak zájem o oblast nanometrologie a nanotechnologie, tak o oblast metrologie jako celek, která je dnes nezbytnou součástí pro řízení kvality. Mnohé z uvedených poznatků platí pro pokročilou výrobu obecně.

2 ANALÝZA SOUČASNÉHO STAVU

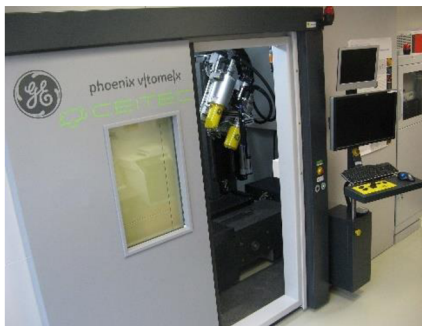
Zkušební laboratoř rentgenové počítačové mikro a nano tomografie CEITEC Brno spolupracuje s kalibrační laboratoří primární nanometrologie ČMI Brno a poskytuje akreditovaná měření v souladu s akreditačními požadavky dle normy ČSN EN ISO/IEC 17025:2018 Českého institutu pro akreditaci. Zkušební laboratoř CEITEC Brno je první laboratoří v České republice, která je oprávněná provádět měření pomocí rentgenové počítačové tomografie (dále XCT). V současné době zkušební laboratoř CEITEC Brno disponuje dvěma přístroji v akreditovaném režimu zkušební laboratoře – mikrotomografickými stanicemi (dále mikro-CT), u kterých byl posouzen postup kalibrace XCT měření:

- GE phoenix v|tome|x L240,
- GE phoenix v|tome|x M300.

Tyto měřicí přístroje jsou využívány pro přesná délková měření v oblasti mikro metrologie (Obr. 1). Jejich aplikace slouží kupříkladu ke kontrole kvality vnitřního nebo vnějšího tvaru komponent z keramiky, odlitku z lehkých kovů, dřeva, plastů apod. Dále se používají v potravinářském průmyslu, medicíně, archeologii, antropologii apod [1].

Ke zpracovávání XCT dat slouží 3D zobrazovací software, který je vybavený metrologickými moduly pro měření délkových rozměrů a geometrických tolerancí, srovnávání skutečného a nominálního modelu, analýzu tloušťky stěn a vláken zpevněných kompozitu [1].

GE phoenix v|tome|x L240



- Maximální velikost vzorku: Ø500 x 800 mm (velikost opsaného válce).
- Maximální hmotnost: 50 kg.
- 7-osý manipulační systém.
- 240 kV / 320 W mikrofokusační RTG trubice.
- 180 kV / 15 W nanofokusační RTG trubice.
- Rozměru voxelu < 2 µm (240 kV trubice).
- Rozměru voxelu < 1 µm (180 kV trubice).

GE phoenix v|tome|x M300

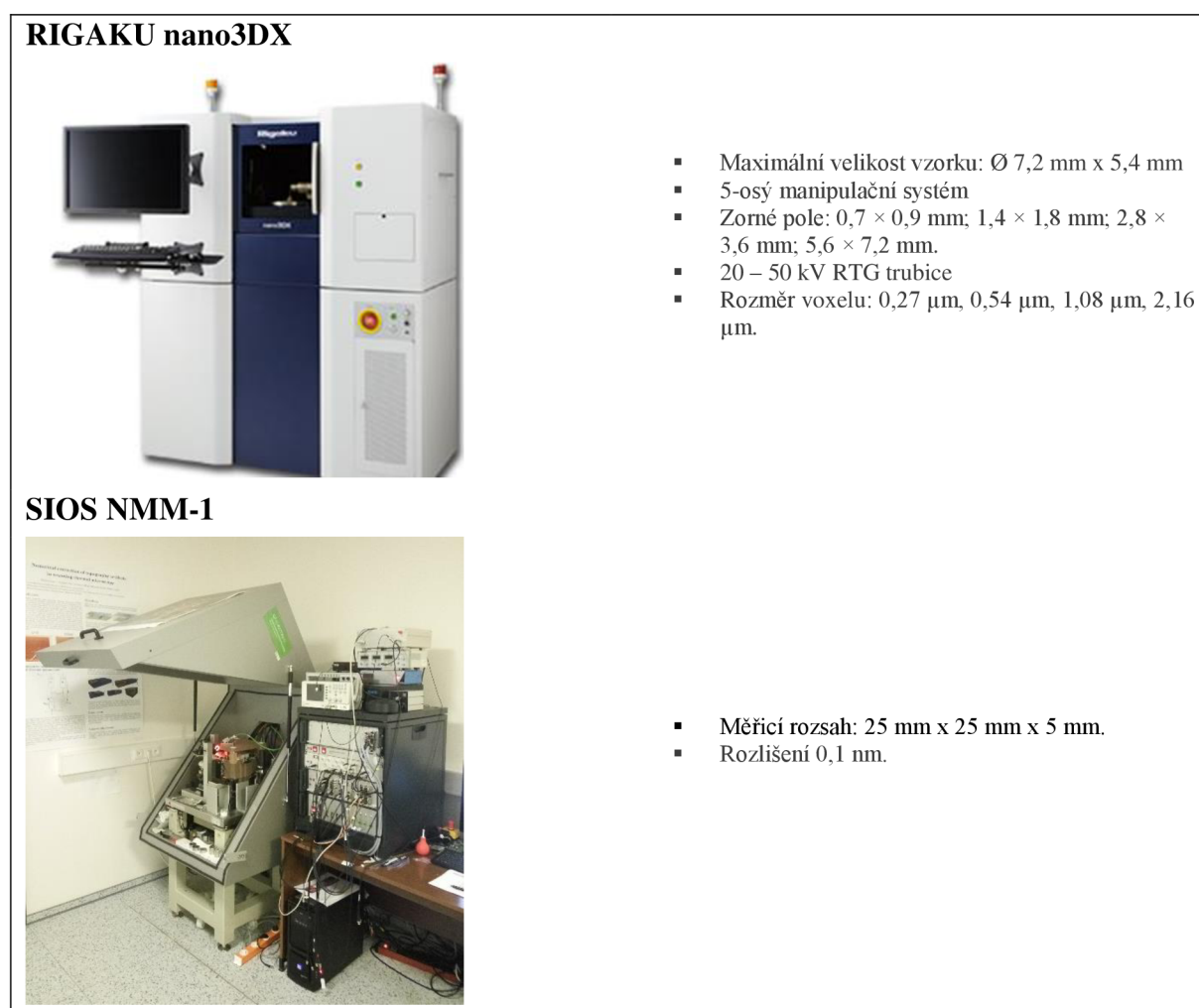


- Maximální velikost vzorku: Ø 360 mm x 600 mm (velikost opsaného válce).
- Maximální hmotnost: 50 kg.
- 5-osý manipulační systém.
- 300kV/ 500W mikrofokusační RTG trubice.
- Rozměr voxelu minimálně 1 µm.

Obr. 1) Parametry XCT přístrojů v akreditovaném režimu zkušební laboratoře CEITEC Brno [2]

Současné přístroje zkušební laboratoře CEITEC Brno se vyznačují velkým rozsahem a tím možností měření poměrně velkých vzorků. V dnešní době však neustále roste vývoj v oblasti nanotechnologií, což má dopad i na nároky na měření v oblasti nanometrologie. CEITEC Brno proto rozšiřuje svou zkušební laboratoř o přesnější přístroj s menším rozsahem Rigaku nano3DX – nanotomografická stanice (dále nano-CT), který bude uplatněn především pro biologické aplikace, jež byly limitovány rozlišením a stabilitou stávajících mikrotomografických stanic GE.

Rigaku nano3DX je tak vhodné podrobit akreditaci, z tohoto důvodu je kladen požadavek ze stran ČMI Brno a CEITEC Brno na vyvinutí vhodného etalonu délky. Kalibrační laboratoř ČMI Brno disponuje souřadnicovým měřicím strojem (CMM) SIOS NMM-1, který slouží k přesnému délkovému měření v řádech nm (dále nano-CMM). Požadovaný etalon délky bude tak zajišťovat metrologickou návaznost přístroje Rigaku nano3DX a SIOS NMM – 1 (Obr. 2). Metrologická návaznost je jeden z požadavků při akreditaci – akreditace bude provedena Českým institutem pro akreditaci Praha.



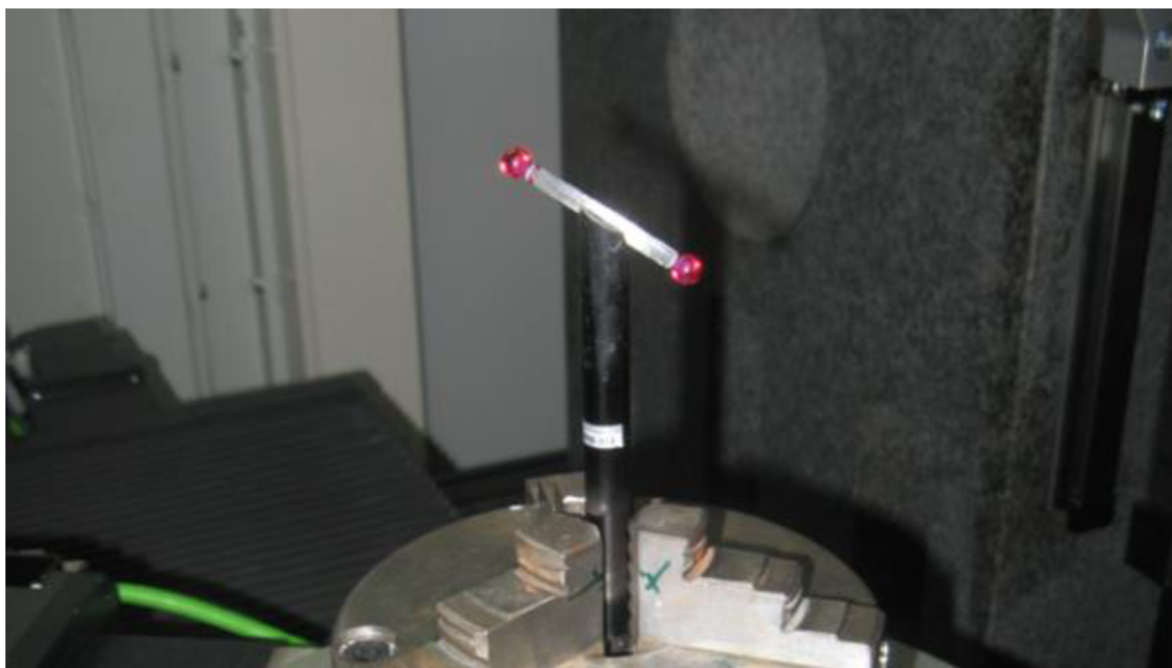
Obr. 2) Měřicí přístroje Rigaku nano3DX (nano-CT) a SIOS NMM-1 (nano-CMM) [2]

3 FORMULACE PROBLÉMU

V dnešní době není možné získat na trhu vhodný etalon délky, který by byl vhodný z pohledu rozměrové kompatibility nano-CT přístroje a stal se tak součástí etalonáže akreditované zkušební laboratoře. Z tohoto důvodu vznikl požadavek ze strany akreditované kalibrační laboratoře ČMI Brno a akreditované zkušební laboratoře CEITEC Brno na vytvoření vhodného etalonu délky pro oblast nanometrologie.

Etalon bude sloužit pro metrologickou návaznost dvou přístrojů – Rigaku nano3DX a SIOS NMM-1. Rigaku nano3DX je rentgenový mikroskop s vysokým prostorovým rozlišením, které patří k největšímu rozdílu oproti stávajícím mikro-CT stanicím firmy GE v laboratoři CEITEC Brno. Dalším rozdílem je rozsah měřicího přístroje a tím velikost měřeného vzorku, který se u Rigaku pohybuje v řádech jednotek milimetru, v případě GE v řádech stovek milimetru. Měřicí stroj SIOS NMM-1 se řadí do kategorie nano-CMM strojů a slouží k měření daného materiálu v řádech nm. Vedle vysokého rozlišení (0,1 nm) je dalším rozdílem oproti běžným CMM to, že pohyb ve všech třech osách zde nevykonává měřicí sonda, ale pracovní deska. Oba tyto přístroje se využívají pro přesná délková měření v oblasti nanometrologie. Rigaku nano3DX ke své akreditaci využije kalibrovaný etalon délky měřicím strojem SIOS NMM-1 – tyto přístroje tak budou tvořit metrologickou návaznost.

Současné mikro-CT stanice GE využívají jako etalon délky dvě rubínové kuličky, umístěné na kevlarové tyčince (Obr. 3). Rubínové kuličky jsou od sebe vzdálené určitou délkou, právě tato délka slouží ke kalibraci přístroje před samotným měřením. Rozměr aktuálně používaných etalonů délky pro mikro-CT stanice GE je vzhledem k měřicímu rozsahu Rigaku nano3DX nevyhovující.



Obr. 3) Etalon délky pro mikro-CT stanice GE [3]

Tato diplomová práce se zabývá možným návrhem, konstrukcí a výrobou prototypu etalonu pro největší zorné pole nano-CT přístroje. Realizace etalonu pro nejmenší zorné pole již proběhla na ČMI Brno a je v této práci popsána.

Problém bude na příštích stranách modelován, dle cílů diplomové práce, v následujícím sledu:

- analýza současného stavu,
- popis jednotlivých přístrojů, princip, funkce, nevýhody jednotlivých metod měření,
- analýza požadavků na metrologickou návaznost obou přístrojů,
- požadavky na hmotný etalon použitelný v praxi,
- návrh možného technického řešení,
- vytvoření 3D modelu etalonu včetně 3D tisku,
- ověření rozměrové kompatibility 3D modelu,
- vyhodnocení souboru ověřovacích měření na obou přístrojích.

4 ŘEŠERŠE ZÁKLADNÍCH POJMŮ

Tato kapitola je určena k seznámení základních pojmů, které se v této diplomové práci objevují. Jedná se o řešerši z oblasti metrologie, nanometrologie, nanotechnologie a rentgenové počítačové tomografie. Vzhledem k tomu, že jsou tyto pojmy již popsány v několika technických publikacích, jde pouze o stručné shrnutí.

4.1 Oblast metrologie

V této části jsou vymezeny základní pojmy z oblasti metrologie. Tyto pojmy jsou přesně definované v Mezinárodní metrologickém slovníku [4] nebo v zákonu o metrologii [5] a jsou také popsány např. v [6].

Metrologie – věda o měření a její aplikace, kde se v poznámce uvádí, že metrologie zahrnuje veškeré teoretické a praktické aspekty měření, jakékoliv nejistoty měření a obory použití [1].

Kalibrace – je činnost, která za specifikovaných podmínek v prvním kroku stanoví vztah mezi hodnotami veličiny s nejistotami měření poskytnutými etalony a odpovídajícími indikacemi s přidruženými nejistotami měření – samotný první krok je často chápán jako kalibrace. Ve druhém kroku použije tyto informace ke stanovení vztahu pro získání výsledku měření z indikace. V poznámkách je zmíněno, že kalibrace smí být vyjádřena údajem, kalibrační funkcí, kalibračním diagramem, kalibrační křivkou nebo kalibrační tabulkou (v některých případech se smí skládat ze součtových nebo násobných korekcí indikace s přidruženou nejistotou měření). Dále je zmíněno, že kalibrace nemá být zaměňována s justováním měřicího systému, který je často mylně nazývaným pojmem „samokalibrace“, ani s ověřením kalibrace.

Etalon – dle zákona o metrologii § 3 je etalon měřicí jednotky nebo stupnice určité veličiny měřidlo, které slouží k realizaci a uchování této jednotky nebo stupnice a také k jejímu přenosu na měřidla nižší přesnosti. Uchováváním etalonu se rozumí všechny úkony potřebné k zachování metrologických charakteristik etalonu ve určených mezích [5].

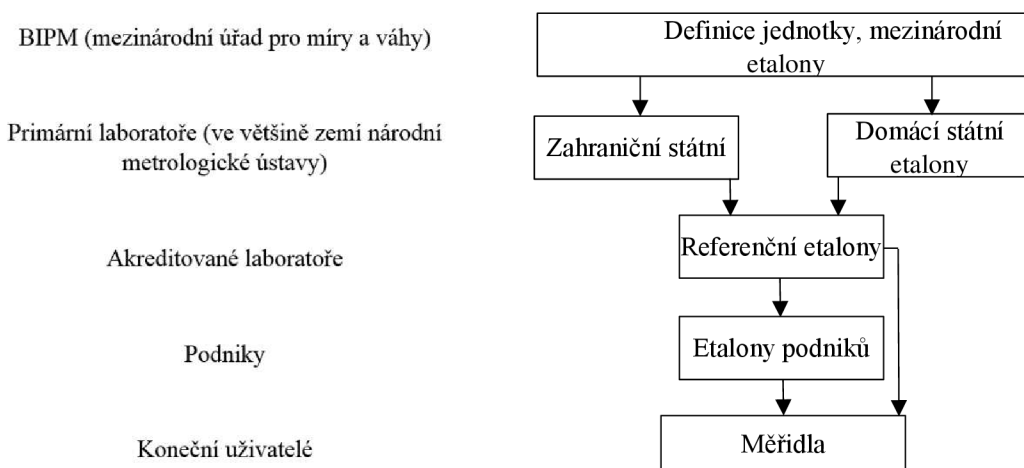
Metrologická návaznost – je určitá vlastnost výsledku měření, díky které může být výsledek vztažen ke stanovené referenci přes dokumentovaný nepřerušovaný řetězec kalibrací, z nichž každá se podílí svým příspěvkem na stanovené nejistotě měření. Mimo jiné je v poznámkách uvedeno, že stanovenou referenci může být definice měřicí jednotky prostřednictvím její praktické realizace nebo postup měření zahrnující měřicí jednotku pro veličinu, která není řadovou veličinou nebo etalon. Metrologická návaznost také vyžaduje zavedenou hierarchii kalibrace [4].

Citlivost měřicího systému – je definovaná jako podíl určité změny indikace měřicího systému a odpovídající změny hodnoty měřené veličiny [4].

Rozlišení – jedná se o nejmenší změnu měřené veličiny způsobující rozeznatelnou změnu v odpovídající indikaci [4].

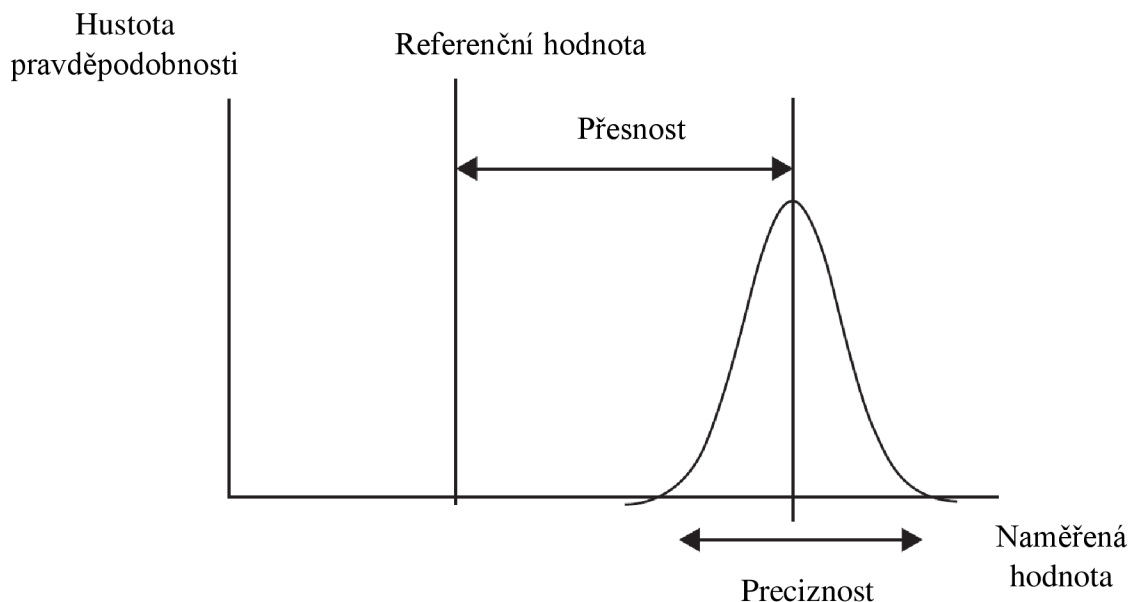
Řetězec metrologické návaznosti – je nepřerušovaný sled etalonů a kalibrací, který je použit ke vztažení výsledku měření k referenci (Obr. 4) [4].

Drift měřidla – jedná se o přírůstkovou nebo spojitou změnu indikace v čase, která je způsobena změnami metrologických vlastností měřidla [4].



Obr. 4) Řetězec metrologické návaznosti [6]

Přesnost a preciznost – přesnost měřicího přístroje značí, jak blízký je výsledek skutečné hodnotě. Preciznost měřicího přístroje označuje rozptyl výsledků při opakovaném měření (někdy označovaný jako opakovatelnost (Obr. 5) [7]). Dle [4] je přesnost měření definována jako těsnost shody mezi naměřenou hodnotou veličiny a skutečnou hodnotou veličiny měřené veličiny. Preciznost je definována jako těsnost shody mezi indikacemi nebo naměřenými hodnotami veličiny získanými opakovanými měřeními na stejném či podobném objektu za specifikovaných podmínek.



Obr. 5) Přesnost a preciznost měření [7]

Národní metrologický systém (NMS) – jedná se o systém, sloužící k zajištění jednotnosti a správnosti měřidel a měření v konkrétním státě – prostřednictvím soustavy technických prostředků a zařízení, jakož i technických předpisů, práv a povinností správních orgánů a právnických osob nebo podnikajících fyzických osob [6].

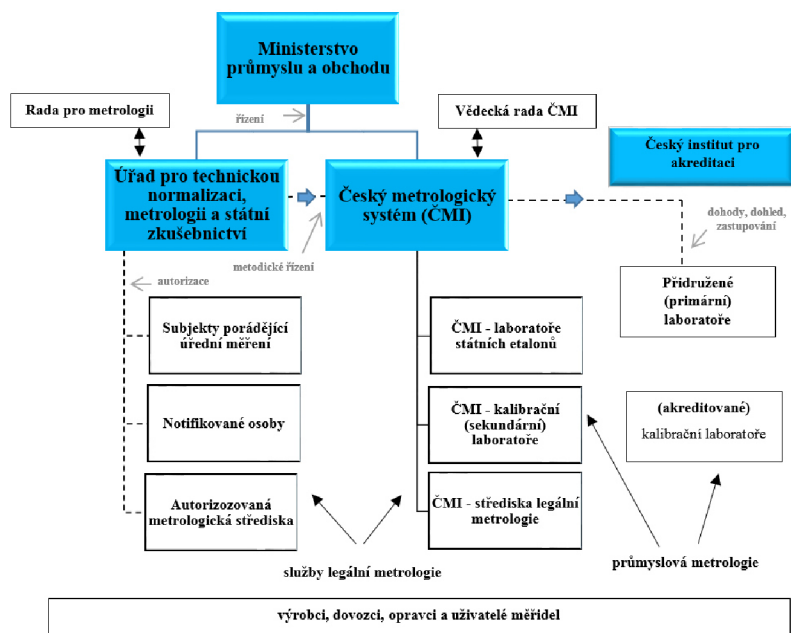
Národní metrologický systém se dělí na tyto oblasti [6]:

- a) fundamentální metrologii, která se zabývá:
 - soustavou jednotek a fyzikálních konstant,
 - rozvojem a uchováváním státních etalonů,
 - přenosem jednotek na nižší etalonážní řády,
 - vědou a výzkumem v metrologii.
- b) průmyslovou metrologii, která se zabývá:
 - zabezpečením jednotnosti a přesnosti měření,
 - jakosti výroby a služeb v širokém spektru oborů (tzv. neregulované sféře metrologie).
- c) legální metrologii zabezpečující:
 - jednotnost a přesnost měření v regulované sféře podle platné právní úpravy.

Základním prvkem NMS ČR jsou spotřebitelé a obecně veřejnost – tedy občané ČR i cizí státní příslušníci, kteří se vyskytují na území ČR. Dalším významným prvkem NMS ČR jsou podnikatelské subjekty – výrobci a opravci měřidel, subjekty provádějící montáže měřidel a subjekty, které nemají charakter výrobku (např. služby) [6][8].

Aktivní prvky působící v NMS ČR (Obr. 6):

- Ministerstvo průmyslu a obchodu – ústřední orgán pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví (MPO),
- Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví (ÚTNM) – orgán státní zprávy pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví,
- Český metrologický institut (ČMI) – plní funkci národního metrologického institutu,
- Český institut pro akreditaci (ČIA) – národní metrologický systém využívá služeb národního akreditačního orgánu při posuzování odborné způsobilosti subjektů působících v metrologii [8].



Obr. 6) Struktura NMS ČR [8]

4.1.1 Akreditace a akreditační systém ČR

Akreditace je v zákonu č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky vymezena v § 14, § 15 a §16. Jedná se o osvědčení o splnění požadavků pro provádění konkrétní činnosti posuzování shody, které stanoví harmonizované normy nebo dokumenty, které jsou platné pro oblast posuzování shody [9].

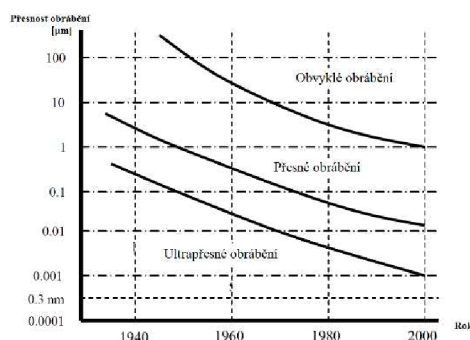
Akreditační systém ČR – jedná se o soubor postupů, procesů a pravidel, které umožňují získat akreditaci od příslušného orgánu. Tento příslušný orgán je upraven nařízením Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 765/2008 – stanovení požadavků na akreditaci a dozor nad trhem pro uvádění výrobků na trh. Na základě pověření Ministerstvem průmyslu a obchodu a notifikace u Evropské komise je pro Českou republiku národním akreditačním orgánem Český institut pro akreditaci (ČIA) [10]. Jak už bylo na začátku uvedeno, zkušební laboratoř rentgenové počítačové mikro a nano tomografie CEITEC Brno spolupracuje s kalibrační laboratoří primární nanometrologie ČMI Brno a poskytuje akreditovaná měření výrobků pomocí rentgenové počítačové tomografie (CT – Computed Tomography).

Tab 1) NMS ČR je spojen s akreditací a technickou normalizací [8]

Metrologie		Akreditace		Technická normalizace	
Svět					
BIPM		OIML		ILAC/IAF	
ISO/IEC		ILAC/IAF		ISO/IEC	
Evropa					
EURAMET		WELMEC		EA	
CEN, CENELEC		EA		CEN, CENELEC	
Česká republika					
ČMI		ÚNMZ		ČIA	
ÚNMZ		ČIA		ÚNMZ	
fundamentální metrologie		ČMI, ČOI		národní akreditační orgán	
národní normalizační orgán		národní akreditační orgán		národní normalizační orgán	
průmyslová metrologie		autorizované subjekty		akreditované subjekty	

4.2 Nanotechnologie a nanometrologie

Nanotechnologie je všudypřítomná technologická disciplína, která se zabývá vědou, tvorbou a využívání technologií povrchů v jednotkách nanometrů. Japonský profesor Norio Taniguchi vytvořil termín nanotechnologie v roce 1974 – studoval vývoj obráběcích strojů od roku 1940 až do roku 1970. Předpověděl, že do roku 2000 bude přesnost obráběcích center v běžných procesech 1 μm a v ultrapřesných procesech 10 nm – v této předpovědi se nemýlil (Obr. 7) [7][11].



Obr. 7) Průběh dosažené přesnosti obrábění od r. 1940 do r. 2000 [12]

V dnešním průmyslu je možné se čím dál častěji setkat s produkty založenými na aspektech nanotechnologie např. optický průmysl, kosmetických průmysl, sportovní vybavení, impregnace apod. Důležitým a především budoucím směrem této technologie jsou však oblasti elektroniky, materiálů a farmacie [7] [11].

Pro komplexní využití nanotechnologií v těchto oblastech je nutné pochopení všech zásad a principů nanotechnologie, které se bezprostředně pojí s metrologií a přístroji vyšší přesnosti a citlivosti. Měření v jednotkách mikrometrů a nanometrů vyžaduje ověřené metody měření, kalibrované přístroje, etalony, tak aby byla zachována metrologická návaznost na mezinárodní úrovni – v rámci ČR zodpovídá ČMI [7].



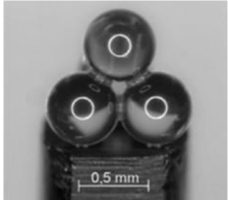




Nanometrologie je vědeckotechnická disciplína, která se zabývá měřením fyzikálních veličin v mikro a nano měřítku. Nanometrologie se týká měření s přesností a nejistotami většího rozsahu – typickým příkladem může být povolená tolerance pro drsnost povrchu na zrcadle dalekohledu s přesností 10 nm [7]. Nanometrologie obecně zahrnuje měření různých veličin, například mechanické vlastnosti, elektrické vlastnosti, magnetické vlastnosti, termální vlastnosti a optické vlastnosti dále pak lokální chemické složení nebo objemová struktura [13]. Často je zapomínáno, že nanometrologie je nepostradatelnou podmínkou pro nanotechnologii, přitom technologický pokrok v této oblasti může nastat pouze tehdy pokud je jeho vývoj měřitelný. Naštěstí došlo v minulosti k několika vědeckým objevům, díky kterým bylo možné tohoto stavu dosáhnout. Jedním z nich byl laser, který byl vyvinut v 60. letech minulého století a který následně našel mnoho aplikací v průmyslu a komunikaci. Dalším vynálezem byl tunelový mikroskop (STM) a mikroskop atomárních sil (ATM) [11].

4.2.1 Etalony délky pro oblast nanometrologie

Jak už bylo na začátku zmíněno etalon měřící jednotky nebo stupnice určité veličiny je měřidlo, které slouží k realizaci a uchování této jednotky nebo stupnice a dále k jejímu přenosu na měřidla nižší přesnosti [5].

V níže uvedené tabulce (Tab 2) jsou ukázky délkových etalonů, resp. artefaktů (artefakt reprezentuje kalibrovanou zkušební délku – dle ČSN EN ISO 10360-2:2010), využívaných v nanometrologii. V některých případech nejsou tyto etalony dostupné anebo jsou vzhledem ke své konstrukci, pro daný způsob měření, nevhodné. V takových případech nastává vlastní realizace vhodného etalonu, který bude splňovat požadovanou specifikaci a který bude následně ověřen akreditovanou organizací.

Tab 2) Příklady etalonů délky v mikro a nanometrologii [14] [15]

Stupňový válec	Hranolové etalony	Sestava rubínových kuliček	Etalony s referenčními kuličkami	
				
				

4.2.2 Podmínky měření

Jak už bylo výše zmíněno, nanometrologie je nezbytnou součástí nanotechnologie. Nedodržení podmínek a pravidel měření může mít nežádoucí charakter. Existuje několik podmínek pro měření, které je nutno dodržovat. Nepřesné výsledky lze získat mnoha faktory prostředí – hluk, prach, teplota apod. Jeden z hlavních problémů je zvuk, tedy mechanické vlnění v blízkosti měřicího přístroje, který není v ochranném prostředí. Například lidský hlas může způsobit chybné výsledky měření, jelikož jednotlivé části přístroje se mohou chovat jako rezonátory. Pro dosažení nejpřesnějších hodnot by mělo měření probíhat v uzavřeném prostředí – sluneční světlo musí být zcela vyloučeno. Důležitou pozornost je třeba věnovat i při manipulaci a ochranu měřených vzorků [11].

4.3 Rentgenová počítačová tomografie

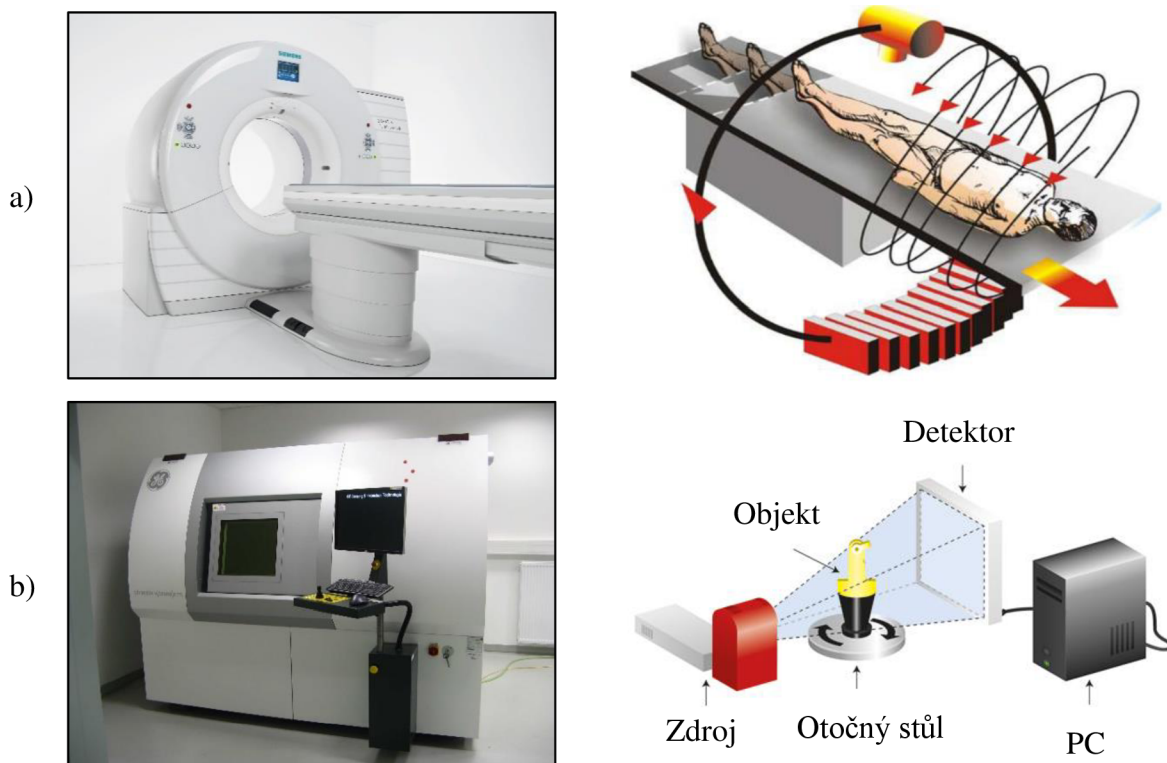
Tomografie je technologie zabývající se strukturním zobrazováním stavby látek bez fyzického narušení – nedestruktivní metoda měření. Do této technologie vstupuje přístrojové vybavení založené na rentgenovém záření o vlnové délce 10^{-8} až 10^{-12} m. Pojem tomografie je obvykle spojovaný s lékařským CT (Computed Tomography), které se už dnes používá téměř 50 let. Jeho vynálezce byl britský inženýr G. N. Hounsfield, který spolu s A. M. Cormackem získal Nobelovu cenu v roce 1979 za fyziologii a lékařství a vývoj počítačové tomografie. Pojem tomografie je v dnešní době široce aplikován v různých vědeckých a inženýrských oblastech. Používá se k měření jak pevných, tak plyných a kapalných látek [16].

4.3.1 Tomografie v metrologii

Na počátku 90. let minulého století začala být rentgenová tomografie využívána ve strojírenském průmyslu. Začala se používat pro kontrolu např. obrobků nebo odlitků – vnitřní porozita, trhliny, vměstky apod. v kterékoli části dílu. Bylo tedy poprvé možné kontrolovat vnitřní strukturu obrobků nedestruktivní zkouškou. Dosažitelná přesnost měření byla však velmi nízká, strukturu bylo možné změřit s přesností na setiny milimetru, což bylo vzhledem k měřeným objektům nedostatečné. Také nejistoty měření se pohybovaly ve větších hodnotách – řešením tohoto problému byla nová metoda měření pomocí souřadnicových měřicích strojů – CMM. První rentgenový tomograf s přesností měření na mikrometry se objevil na trhu v roce 2005. Tento nový typ souřadnicového měřicího přístroje umožňoval měření i velmi komplexních součástí za poměrně krátkou dobu – méně než 20 minut [16].

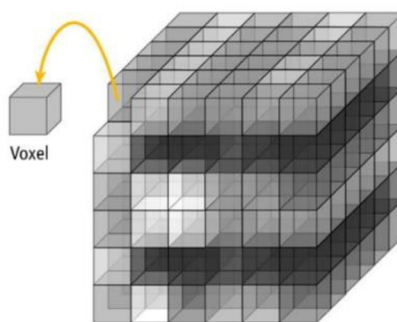
4.3.2 Průmyslové rentgenové tomografy

Průmyslové rentgenové tomografy se zásadně liší od CT pro lékařské účely. U lékařského CT zdroj záření a snímač obíhá po kruhové trajektorii, resp. šroubovici kolem pacienta, který je ve stacionární poloze (Obr. 8) U průmyslového CT je tomu přesně naopak, zde rotuje snímáný objekt kolem své osy (Obr. 8). Díky tomu jsou pak snímky vytvořeny ze všech úhlů natočení předmětu. Rentgenové záření procházející materiálem snímaného objektu je tlumeno z důvodu absorpce nebo rozptylu. Množství útlumu je dáno délkou (které musí paprsky záření urazit při průchodu materiálem), chemickým složením materiálu, hustotou materiálu a energií rentgenového záření. Zbývající rentgenové záření, které projde vzorkem je zaznamenáno na detektoru [17] [14].



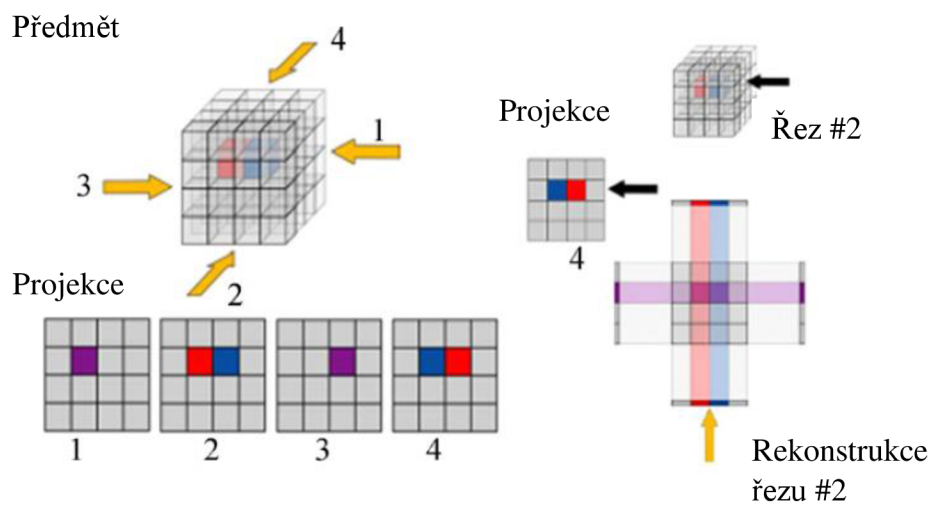
Obr. 8) Princip měření – lékařské CT (a) a průmyslové CT (b) [2][18] [19][20]

Ze získaných 2D snímků jsou pomocí matematických operací zrekonstruovány řezy, které jsou následně poskládány do 3D voxelového modelu (Obr. 9), který má svůj rozměr a nese informaci o úrovni šedi. Úroveň šedi je v konečném výsledku mírou absorptivity materiálu – složení, hustota apod [17] [14].



Obr. 9) Voxel [21]

Na níže uvedeném obrázku (Obr. 10) je zobrazen princip rekonstrukce řezu dvou rozdílných voxelů, kde zbytek rekonstruovaného obrazu (velká kostka) je vyplněn vzduchem. Rekonstrukce řezu je založena na čtyřech projekcích – 0° , 90° , 180° a 270° [14].



Obr. 10) Příklad rekonstrukce řezu [14]

5 PŘÍSTROJE LABORATOŘE CEITEC BRNO A ČMI BRNO

V rámci této diplomové práce je návrh etalonu koncipován pro dva přístroje – Rigaku Nano3DX umístěným v laboratoři CEITEC Brno a SIOS NMM-1 umístěným v ČMI Brno. Technické parametry měřicích přístrojů jsou uvedeny v Příloze 1.

5.1 Rigaku nano3DX

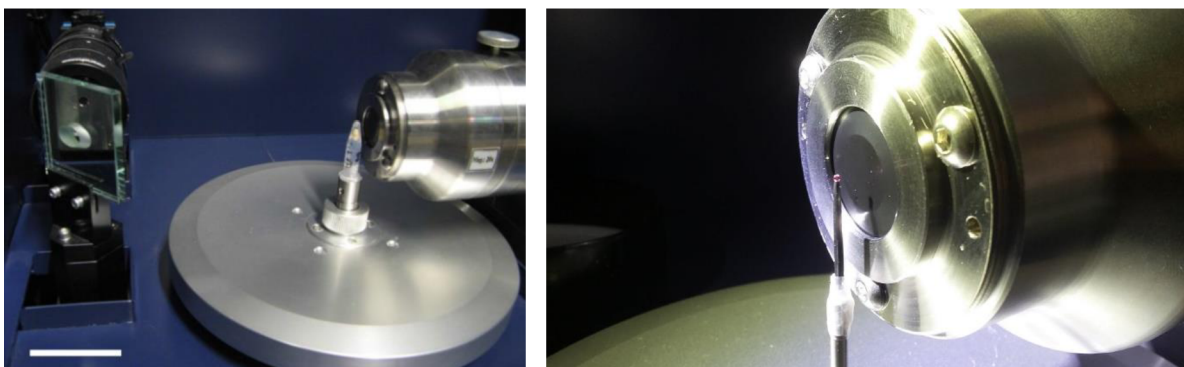
Laboratoř CEITEC Brno je jedinou laboratoří v Evropě, která vlastní takovýto typ nanotomografické stanice CT. Rigaku nano3DX je rentgenový mikroskop, který je schopný vytvořit 3D snímky vzorků s vysokým prostorovým rozlišením (Obr. 11). Díky tomuto rozlišení dokáže zařízení měřit na úrovni několika stovek nanometrů. Systém přístroje je tvořen tak, aby umožnil uživateli prohlížet měřený vzorek v libovolném bodě a libovolné rovině [22].



Obr. 11) Rigaku nano 3DX (vlevo), snímek listu pokojové květiny – optimalizace kontrastu v krátkém čase (60 sekund) patří k nejvýznamnějším vlastnostem Rigaku nano3DX (vpravo) [23][24]

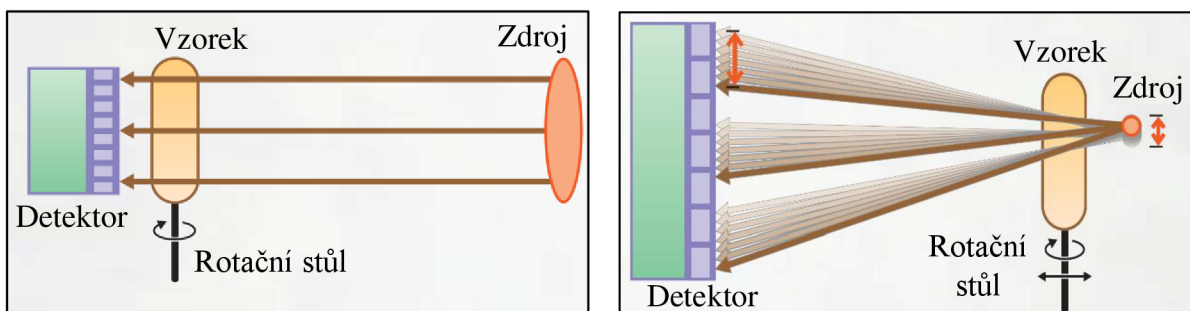
5.1.1 Princip funkce Rigaku nano3DX

Nano3DX využívá rotační anodový rentgenový zdroj s vysokým výkonem a optiku s vysokým rozlišením. Světlo je detekováno CCD detektorem (Charge Coupled Device – elektronická součást sloužící pro snímání obrazové informace) s rozsahem 16 bitů o velikosti 3300 px × 2500 px, rozměry voxelu, jsou 0,27 μm, 0,54 μm, 1,08 μm nebo 2,16 μm – záleží na volbě použité optiky. Tato kombinace umožňuje rychlý sběr dat s možností jednoduše měnit anodové materiály pro optimalizaci kontrastu u jednotlivých vzorků (Obr. 11). Konstrukce systému umožňuje umístění vzorku v blízkosti detektoru s vysokým rozlišením. Vzorek je umístěn na 5-osém automatickém manipulačním stolku. Zdroj záření tvoří paralelní paprskovou optiku. Toto uspořádání poskytuje lepší stabilitu přístroje, což má vliv na rychlejší sběr dat a vysoké rozlišení vytvořených snímků (Obr. 12) [22][23][24].



Obr. 12) Detaily vzorku, který je umístěný v těsné blízkosti před detektorem [23][25]

Zdroj rentgenového záření je tvořen rotačními terči vyrobených z mědi, chromu nebo molybdenu. Terč vytváří svazek paprsků dopadajícího na měřený vzorek. Volba těchto materiálů dává systému flexibilitu pro optimalizaci nastavení rentgenového záření a kontrastu – na základě atomových hmotností materiálu měřených vzorků. Velikost napětí v trubici je mezi 20 kV až 50 kV, záleží na volbě terče. Detektor tvoří výměnná trubice, která poskytuje zvětšení měřeného vzorku 2,5× nebo 20× – zorná pole jsou 0,7 × 0,9 mm; 1,4 × 1,8 mm; 2,8 × 3,6 mm; 5,6 × 7,2 mm. Tím, že je vzorek umístěný v těsné blízkosti detektoru (Obr. 12), dochází ke snížení účinku tepelného driftu, který může způsobit zkreslení výsledků (Obr. 13) – tuto informaci bych potřeboval potvrdit. [22][23][24].



Obr. 13) Důsledek tepelného driftu – nano3DX (vlevo), běžné mikro-CT (vpravo) [24]

Zpracování dat u Rigaku nano3DX může být umožněno pomocí programu Matlab nebo rozšířeného softwaru ImageJ AnkaPhase, kde jsou vstupními daty jednotlivé projekce naměřené tomografem. Dále musí uživatel zadat energii použitého záření, velikost pixelu kamery, vzdálenost od vzorku k detektoru a hodnoty indexů lomu. Z projekcí je následně zrekonstruován obraz např. pomocí programu VGStudio [23].

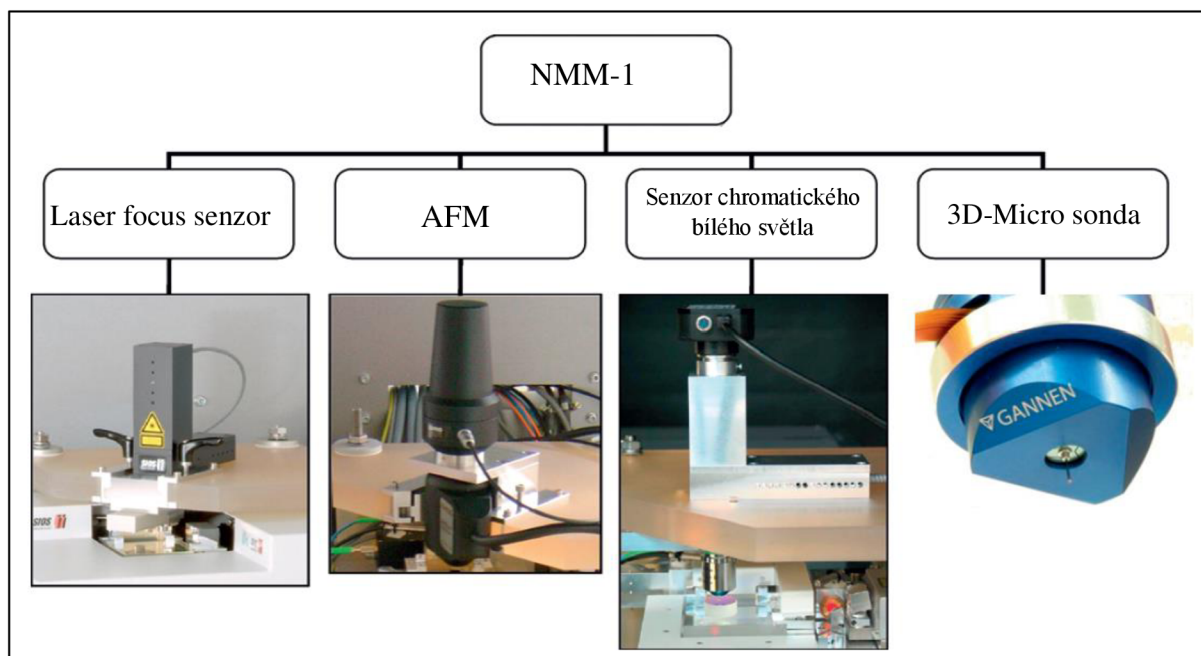
5.2 SIOS NMM-1

SIOS NMM-1 je souřadnicový měřicí stroj (CMM), vyvinutý na německé univerzitě v Ilmenau, který slouží k měření součástí, resp. vzorků daného materiálu v řádech nm (nano-CMM). Přednostně se vyznačuje jeho poměrně malý měřicí rozsah 25 mm x 25 mm x 5 mm s rozlišením 0,1 nm (Obr. 14) [26].



Obr. 14) SIOS NMM-1 je na ČMI umístěn v podzemí na antivibračních podložkách

SIOS nabízí k tomuto typu širokou nabídku různých typů senzorů – laser focus senzor, mikroskop atomárních sil, senzor chromatického bílého světla a 3D-Micro dotykovou sondu viz. (Obr. 15). Pro tuto diplomovou práci je vybrána metoda dotykového měření měřicí 3D dotykovou sondou Gannan XP. Jedná se o sondu, která je tvořena safírovou kuličkou. Měřicí doteky mají průměr 0,5 mm, 0,3 mm a 0,12 mm. Vzhledem k rozměrovým požadavkům na etalon délky pro oblast nanometrologie, bude měření probíhat s měřícím dotykem vybaveným safírovou kuličkou o průměru 0,12 mm a 0,3 mm.



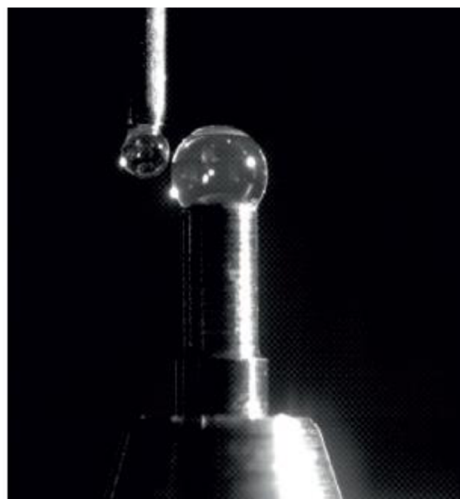
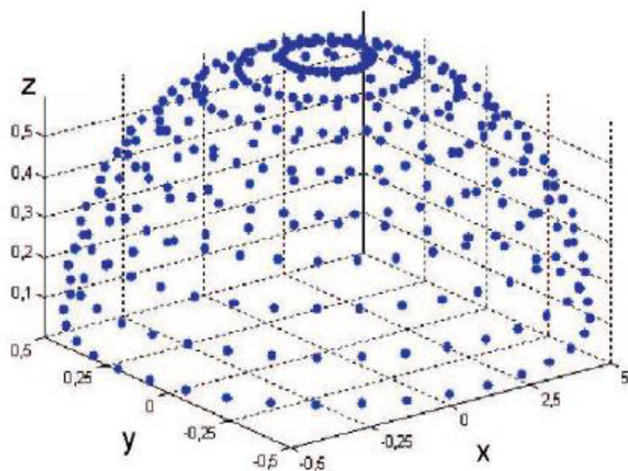
Obr. 15) Typy snímacích systémů pro SIOS NMM-1 [26]

5.2.1 Princip funkce SIOS NMM-1

SIOS NMM-1 je složen z 3D souřadnicového řízeného systému, na kterém je umístěn koutový odražeč – rohové zrcadlo pro tři laser-interferometry (Obr. 17). Laser-interferometry jsou

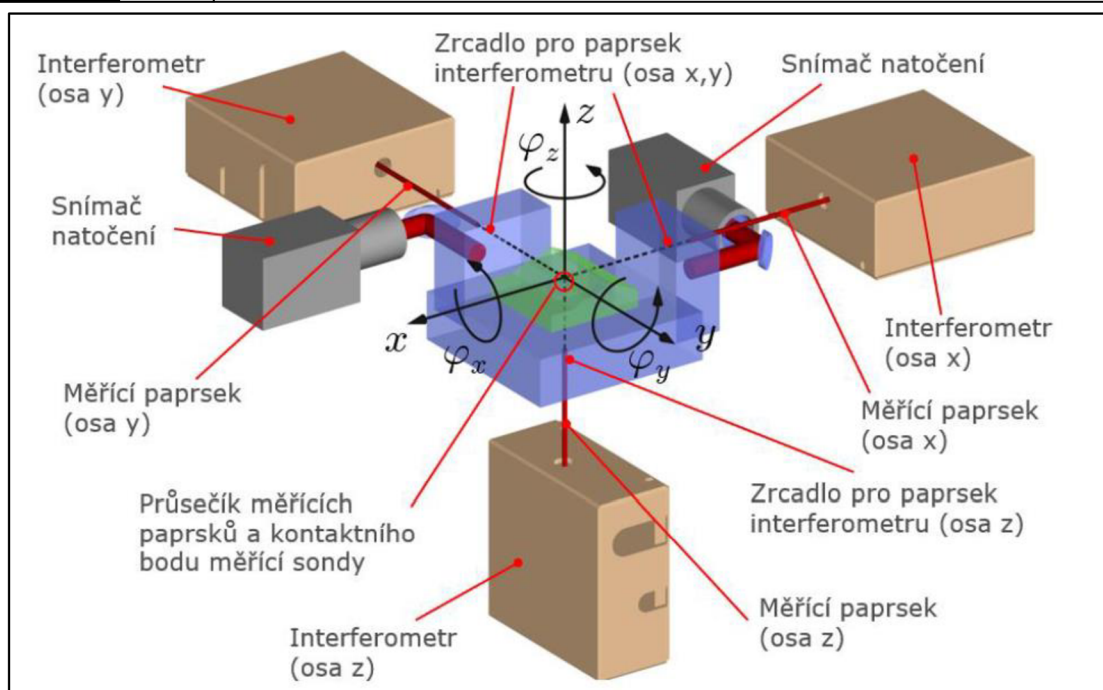
umístěny na teplotně stabilním rámu ze sklokeramického materiálu – zerodur (zerodur má téměř nulový součinitel teplotní roztažnosti) a jejich umístění je důsledkem velmi vysoké přesnosti – laserové paprsky interferometrů se protínají v jednom bodě, který se shoduje s měřicím bodem měřicí sondy. Systém sondy funguje jako indikátor s nulovým bodem. V měřicím prostoru jsou umístěny senzory tlaku, vlhkosti a teploty vzduchu – řídicí jednotka je úmyslně umístěna mimo měřicí prostor, právě z důvodu jejího tepelného účinku. Pracovní stůl je vyroben z invaru, jehož význačnou vlastností je také velmi nízký součinitel teplotní roztažnosti.

Základem systému Gannan XP je křemíková membrána, která obsahuje dvanáct piezorezistivních prvků, které jsou uspořádány do čtyř skupin kolem měřicí sondy. Každá skupina prvků je propojena Wheatstoneovým můstkem a poskytuje měřicí signál. Měřicí sonda je připojena přímo ke křemíkové membráně a výrobce umožňuje v případě potřeby jednoduchou výměnu za jinou sondu s požadovaným průměrem měřicí safirové kuličky. Po každé výměně je však vyžadována kalibrace – obvykle se používá malý etalon tvaru kuličky. Měřený vzorek je umístěn na desku, která je spojená s koutovým odražečem. Na rozdíl od běžných CMM zde vykonává pohyb ve všech třech osách deska a díky rozmístění interferometrů nedochází k chybám spojených s Abbeho principem ve všech osách a dochází tak k minimalizaci účinků systematických chyb (rozdíl oproti běžným CMM). K úplnému zajištění správného pohybu rohového zrcadla resp. jeho natočení a tedy celkové přesnosti měření slouží dvojice snímačů natočení. Ty mají uzavřenou smyčku regulačního obvodu, což zabraňuje zbývajícím chybám (Obr. 17). Princip, na kterém je NMM-1 založeno spočívá v dotykovém snímání pouze v ose z, což znamená, že přesně jedno měření v dané výšce bude korelovat s každým bodem v rovině xy (Obr. 16) [26].



Obr. 16) Měření kulovitého povrchu [26]

Měřicí systém SIOS NMM-1 je vybavený vlastním softwarem, který umožňuje nastavit potřeby uživatele, tak aby korespondovaly s požadavky na měření. Obsluha stroje probíhá obdobně jako u Rigaku Nano3DX na PC s operačním systémem. Při měření lze využít také vlastních skriptů například v programu Matlab.



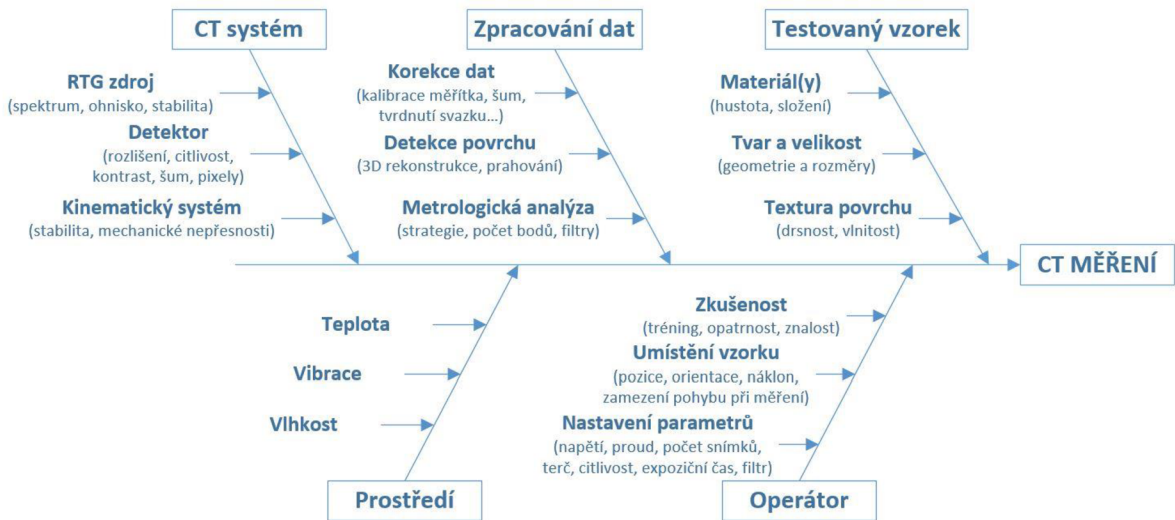
Obr. 17) Schéma rozmístění, nastavení a funkce laserových interferometrů měřicího systému SIOS NMM-1 [26]

5.3 Výhody a nevýhody jednotlivých metod měření

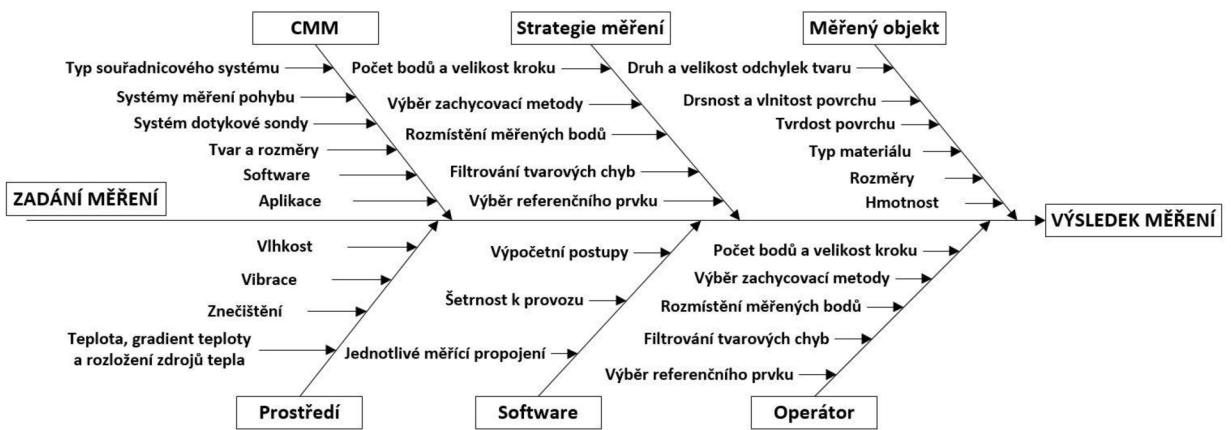
Nejpodstatnější rozdíl mezi CT metodou měření a měření pomocí CMM strojů spočívá v tom, že CT technologie je nedestruktivní metoda měření sloužící k měření vnějších i vnitřních součástí – není tedy potřeba demontáže příp. destrukce. Nabývá se tedy i možnost měření komplexnějších součástí. Dotykové měření CMM stroji je ovlivňováno chybami z deformace materiálu měřeného vzorku a to silovým působením dotykové sondy. Při měření součástí vyrobené z pružného materiálu nebo součástí vyrobené z velmi měkkého materiálu se tako mohou změřit neobjektivní výsledné hodnoty. Naproti tomu měření CT technologií ovlivňuje mnohem více faktorů – chemické složení materiálu, parametry zdroje rentgenového záření, velikost voxelu, zkušenost obsluhy.

CMM stroje mají také značnou výhodu v oblasti používaných norem. Na rozdíl od CT přístrojů pro CMM existuje mezinárodní norma – ČSN EN ISO 10360, která specifikuje ověření způsobilosti souřadnicových měřicích přístrojů, používaných pro měření lineárních rozměrů a rovněž specifikuje periodické zkoušky. V současné době jsou mezinárodní ISO normy pro CT v přípravné fázi a prozatím se vychází z doporučení, která vznikla z požadavků známých u CMM [27].

Pro shrnutí a zřetelnější představu možných faktorů ovlivňujících měření za pomoci jednotlivých metod, slouží Ishikawovy diagramy uvedených na další straně (Obr. 18) a (Obr. 19).



Obr. 18) Ishikawův diagram pro měření CT přístroji [28]



Obr. 19) Ishikawův diagram pro měření CMM stroji [29]

6 ANALÝZA POŽADAVKŮ NA METROLOGICKOU NÁVAZNOST OBOU PŘÍSTROJŮ A NA HMOTNÝ DÉLKOVÝ ETALON POUŽITELNÝ V OBLASTI NANOMETROLOGIE

Vzhledem k tomu, že se oba měřicí přístroje nachází v akreditovaných laboratořích – CEITEC Brno a ČMI Brno, je začátek této kapitoly věnován metrologické návaznosti akreditovaných laboratořích dle normy ČSN EN ISO 17025:2018 Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratořích. Následující podkapitoly jsou zaměřené na popis problematiky metrologické návaznosti a použití normativních dokumentů.

6.1 Metrologická návaznost akreditovaných laboratořích z pohledu normy ČSN EN ISO/IEC 17025:2018 Všeobecné požadavky na kompetenci zkušebních a kalibračních laboratořích

Metrologická návaznost je důležitá svým konceptem pro zaručení porovnatelnosti výsledků měření, jak na úrovni národní, tak mezinárodní. Cílem mezinárodní normy ČSN EN ISO 17025:2018 je podpora důvěry v pracovních činnostech laboratoře. Soubor požadavků, které norma obsahuje, umožňuje dokázat, že laboratoře pracují kompetentně a jsou schopny poskytovat platné výsledky [30]. Český institut pro akreditaci uznává způsobilost kalibračních laboratořích, použitím této normy jako základ pro jejich akreditaci.

Laboratoř musí stanovit a následně udržovat metrologickou návaznost výsledků měření pomocí dokumentovaného nepřerušovaného řetězce kalibrací. Každá kalibrace tak přispívá k nejistotě měření a vztahuje je k příslušné referenci. Výsledky měření musí být navázané na mezinárodní soustavu jednotek SI, pokud není metrologická návaznost na jednotky SI technicky možná, laboratoř musí prokazovat metrologickou návaznost na příslušné reference [30].

6.1.1 Stanovení metrologické návaznosti

Norma informuje ve své příloze o přenosu metrologické návaznosti použitím etalonů/standardů. Tato informace se právě týká i návrhu vhodného etalonu délky pro oblast nanometrologie, který je předmětem této práce. V praxi tedy etalony/standardsy z kompetentní laboratoře (ČMI), představují pouze výrok o shodě se specifikací (vynechává výsledky měření a přidružené nejistoty) [30].

6.1.2 Prokazování metrologické návaznosti

Laboratoře jsou odpovědné za stanovení metrologické návaznosti v souladu s touto normou. Výsledky kalibrací řídicí se tímto dokumentem, vykazují metrologickou návaznost. Existují různé možnosti, jak prokázat shodu s tímto dokumentem:

- uznání třetí stranou (akreditační orgán),
- externím posouzením zákazníky,
- sebehodnocení [30].

Pokud je třeba prokazovat mezinárodní uznatelnost řetězce metrologické návaznosti, tak konkrétní pokyny poskytuje společná deklaráce o metrologické návaznosti BIPM, OIML, ILAC a ISO [30].

6.2 Metrologická návaznost přístrojů SIOS NMM-1 a Rigaku nano3DX

Formou metrologické návaznosti měřidel je kalibrace, jejíž definice je uvedena v kapitole 4.1 [31]. Dle této definice je možné konstatovat, že pojem kalibrace je posloupnost jednotlivých činností ve dvou zásadních krocích – v prvním kroku se tedy začíná s hodnotami veličiny poskytnutými etalony a druhý krok končí výsledkem měření získaného z indikace. Dále je v druhé poznámce uvedeno, že kalibrace nemá být zaměňována s pojmem justování měřicího systému (často mylně nazývaným „samokalibrace“), ani s ověřením kalibrace. Pojem „justování měřicího systému“ je definováno v kapitole 3.11 a dle poznámky předchází kalibraci. Termín „ověření kalibrace“ není ve Mezinárodním metrologickém slovníku přesně definován, nýbrž je provázán s pojmem „ověřování“, které je definováno jako poskytnutí objektivního důkazu, že daná položka splňuje specifikované požadavky [4]. Z této definice je zřejmé, že ověřování kalibrace je činnost, která po kalibraci následuje – např. zkouška funkčních parametrů daného měřidla, které má po provedení kalibraci mít [32].

Ověřením kalibrace se dostává stavu, že měřicí přístroj splňuje požadavky metrologické návaznosti, je metrologický způsobilý a bude v souladu se specifikací. Metrologickou způsobilostí CMM strojů se zabývá mezinárodní norma ČSN EN ISO 10360, s ohledem na terminologii v Mezinárodním metrologickém slovníku [4] lze obsah této normy pokládat za ověřování kalibrace (nikoli za kalibraci samotnou). Výrobci CMM strojů a jejich autorizované servisy mají tuto normu již zakomponovanou do procesu výroby, uvedení do provozu, předání konečnému zákazníkovi až po periodický servis – ověřování kalibrace dokládají určitou formou o provedené zkoušce. Jako důkaz ověřování kalibrace lze také považovat doklad na základě zkoušky akreditovanou zkušební nebo kalibrační laboratoří [32].

Průmyslové CT přístroje, jsou v dnešních aplikacích stále nové a měření jsou ovlivněna velkým množstvím faktorů. V současné době neexistuje žádná mezinárodní ISO norma pro standardizované postupy a požadavky na metrologickou způsobilost. Mezinárodní normy pro CT se nyní teprve připravují a budou také součástí ČSN EN ISO 10360 – počítačová tomografie bude předmětem připravované části 11. Prozatím se vychází z požadavků a doporučení, která vznikla z požadavků na CMM. Budoucí standardizované postupy by tedy měly být v souladu s principy mezinárodní normy ČSN EN ISO 10360-2:2010, protože CT systémy musí poskytovat srovnatelné výsledky jako CMM stroje s dotykovou sondou [33][34].

Výše uvedené informace konstatují, že metrologická návaznost přístrojů SIOS NMM-1 a Rigaku nano3DX se řídí dle mezinárodní normy ČSN EN ISO 10360-2:2010. Tato norma není zavazující, ale z hlediska sjednocení a standardizace je doporučena.

Obecně bude tedy Rigaku nano3DX navázáno na SIOS NMM-1, který je navázán na helium-neonový stabilizovaný laserinterferometr v LPM Praha – pobočka ČMI.

6.2.1 ČSN EN ISO 10360-2:2010

Celý název této normy je ČSN EN ISO 10360-2:2010 Geometrické požadavky na výrobky (GPS) – Přejímací a periodické zkoušky souřadnicových měřicích strojů (CMM) – Část 2: Souřadnicové měřicí stroje používané pro měření lineárních rozměrů.

Tato část normy specifikuje výrobcem stanovené přejímací zkoušky pro ověření způsobilosti CMM, které jsou požívané pro měření lineárních rozměrů. Přejímací zkouška CMM se skládá ze souboru operací dohodnutých mezi výrobcem a uživatelem k ověření technického stavu CMM udávaného výrobcem. Smluvní vztah mezi uživatelem a výrobcem je uveden ve smlouvě o údržbě, nákupu, opravách, renovacích nebo zlepšení využitelnosti [35].

Specifikuje také periodické zkoušky umožňující uživateli v opakovaných časových odstupech ověřit způsobilost CMM. Periodická zkouška CMM ověřuje, že technický stav CMM odpovídá požadavkům uživatele a je provedená podle stejných postupů jako zkouška přejímací [35].

Norma rovněž určuje požadavky na způsobilost, které mohou být stanoveny výrobcem nebo uživatelem CMM, typ a způsob provedení přejímacích a periodických zkoušek k prokázání stanovených požadavků, pravidla pro zkoušku shody a aplikace pro které mohou být tyto zkoušky použity. Ve své příloze norma specifikuje artefakty reprezentující kalibrované zkušební délky, které budou hlavním tématem následující kapitoly (Kapitola 7) [35].

Zkušební postupy v ČSN EN ISO 10360-2:2010 mají tři cíle:

- zkouška chyby indikace kalibrované zkušební délky (artefaktu) pomocí snímací hlavy bez jakéhokoliv odsazení hrotu snímacího doteku,
- zkouška chyby indikace kalibrované zkušební délky (artefaktu) pomocí snímací hlavy se specifikovaným odsazením hrotu snímacího doteku,
- zkouška reprodukovatelnosti měření kalibrované zkušební délky.

Odsazení hrotu snímacího doteku je pravoúhlá vzdálenost k ose pinoly mezi hrotem snímacího doteku a referenčním bodem [35].

Prioritou těchto zkoušek je, že výsledek měření má přímou návaznost na jednotku délky metr¹ a poskytuje tak informace o CMM při obdobných měření délek [35].

Norma ISO 10360-2 je jednou z částí technické normy ISO 10360, která byla vypracována technickou komisí ISO/TC 213 „Geometrické požadavky na výrobky a jejich ověřování“ ve spolupráci s technickou komisí CEN/TC 290 „Rozměrová a geometrická specifikace a ověření výrobku“ [35]. Následujících částí se společným názvem Geometrické požadavky na výrobky (GPS) – Přejímací a periodické zkoušky souřadnicových měřicích strojů (CMM) jsou:

- Část 1: Slovník
- Část 3: Souřadnicové měřicí stroje s osou otočného stolu jako čtvrtou osou
- Část 4: Souřadnicové měřicí stroje používané v režimu měření skenováním
- Část 5: Souřadnicové měřicí stroje používající snímací systém s jednotlivým a složeným snímacím dotekem
- Část 6: Odhad chyb při výpočtu prvků přiřazených metodou nejmenších čtverců
- Část 7: Souřadnicové měřicí stroje vybavené zobrazovacími snímacími systémy

ISO 10360 se ještě skládá z následujících částí nesoucích společný názvem Geometrické požadavky na výrobky (GPS) – Přejímací a periodické zkoušky souřadnicových měřicích systémů (CMS):

¹ Dne 16.11. 2018 Generální konference pro míry a váhy na svém 26. zasedání ve Versailles schválila redefinice čtyř základních jednotek SI – kilogram, ampér, kelvin, mol a nové formulace zbývajících tří – sekunda, metr a kandela s účinností od 20. května 2019. Stávající definice metru je: „Metr je vzdálenost, kterou urazí světlo ve vakuu za dobu 1/299 792 458 sekundy.“. Nová definice: „Metr, symbol m, je SI-jednotka délky. Je definována fixováním číselné hodnoty rychlosti světla ve vakuu c rovné 299 792 458, je-li vyjádřena v jednotkách $m \cdot s^{-1}$, kde sekunda je definována ve smyslu $\Delta\nu_{Cs}$ [38].

- Část 8: Souřadnicové měřicí stroje s optickými snímači vzdálenosti
- Část 9: Souřadnicové měřicí stroje s kombinovanými snímacími systémy
- Část 10: Laserové trackery pro měření vzdáleností mezi dvěma body

Další části se připravují: Část 12: Kloubové rameno CMM a jak už bylo dříve zmíněno, počítačová tomografie, která bude předmětem připravované části 11 [36].

6.3 Požadavky na hmotný délkový etalon použitelný v oblasti nanometrologie

Délkové etalony používané v běžných průmyslových oblastech jsou nejčastěji vyrobené z oceli – např. kalibrované koncové nebo stupňové měřky. Tyto etalony jsou vhodné především pro dotykové CMM případně pro CMM vybavené optickým snímáním. V oblasti průmyslové CT technologie nejsou tyto etalony vhodné vzhledem ke své vysoké materiálové absorpci. Průmyslové CT požadují použití materiálů s nízkou absorpcí, dále které poskytují dlouhodobou rozměrovou stabilitu a mají nízký teplotní součinitel roztažnosti – zpravidla co nejnižší nebo co nejvíce se přibližující k nejčastěji měřenému materiálu, např. ocel $11,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Pro tuto aplikaci jsou vhodné materiály jako keramika, rubín, polymery vyztužené uhlíkovými vlákny nebo nízko absorpční kovy jako je např. hliník [14][38]. Příklady některých současných etalonů, které jsou využívány v oblasti nanometrologie, jsou uvedeny na začátku této práce - Tab 2)

Ze strany CEITEC Brno vzešel požadavek na hmotný etalon délky pro zajištění metrologické návaznosti nano-CT Rigaku nano3DX. Reálný etalon délky by měl splňovat výše uvedené požadavky pro průmyslové CT. Dále musí rozměrově splňovat velikost zorného pole přístroje Rigaku nano3DX a měřicí rozsah SIOS NMM-1 – viz. Příloha 1. Vzhledem k tomu, že dosud neexistují mezinárodní normy, které by popisovaly délkové etalony pro oblast počítačové tomografie – viz. předchozí kapitola (6.2), návrh hmotného etalon se budou odvíjet od možných typů délkových etalonů pro CMM, které zmiňuje norma ČSN EN ISO 10360-2:2010. Volba materiálu a rozměry budou přizpůsobeny požadavkům pro Rigaku nano3DX.

6.3.1 Typy hmotných etalonů délky (artefaktů) dle ČSN EN ISO 10360-2:2010

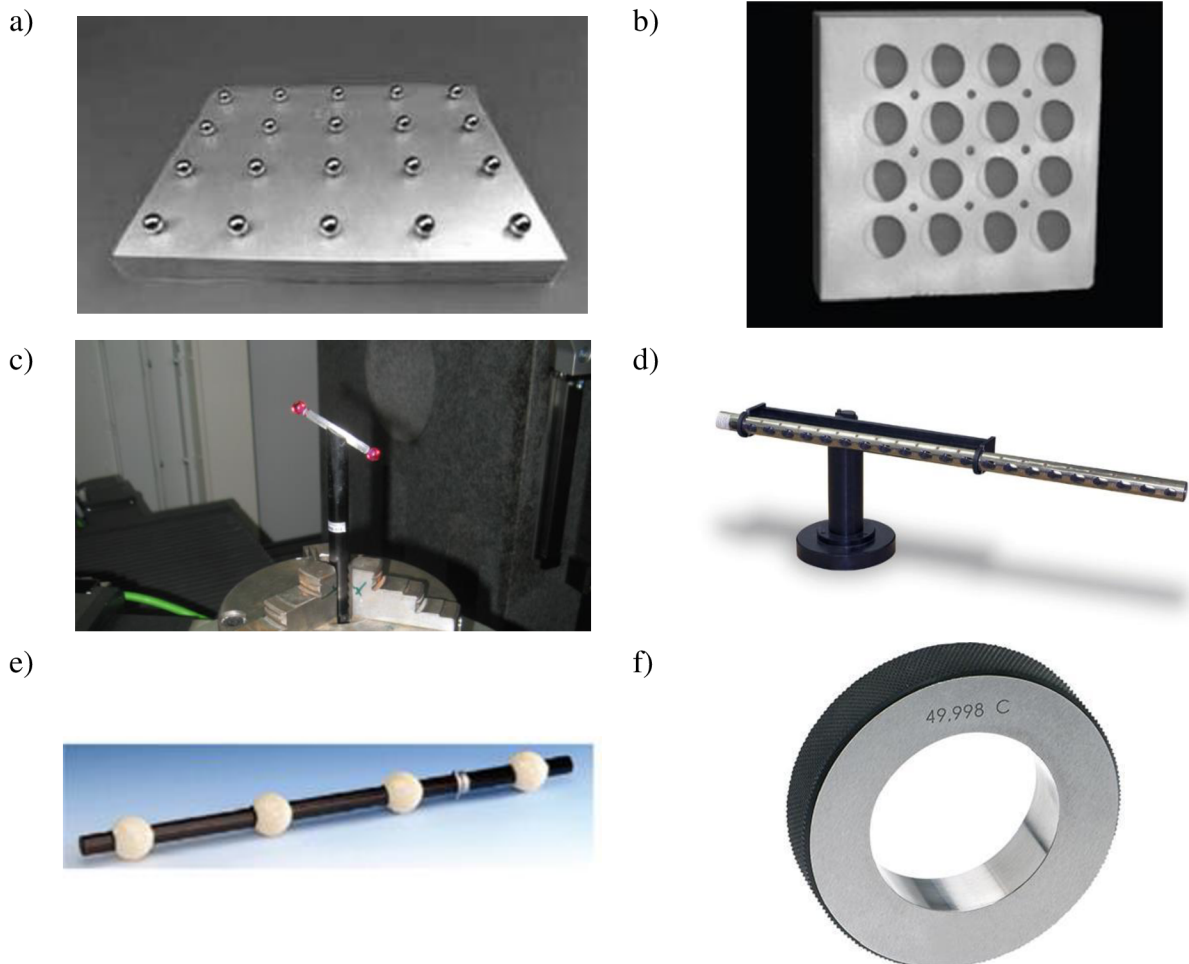
Vzhledem k praktické použitelnosti a ekonomické dostupnosti norma povoluje několik typů etalonů, resp. artefaktů (dále jen artefaktů), které mohou být použity ke zkoušení CMM. Tyto artefakty se dají použít ke zkoušení CMM za předpokladu, že jsou seřiditelné k poskytnutí stejné měřené, kalibrované zkušební délky. Norma uvádí tyto příklady artefaktů, které mohou být použity k přejímacím a periodickým zkouškám:

- koncové měřky,
- stupňové měřky,
- ball bar – tyč se dvěma koulemi,
- laserinterferometr.

Také uvádí některé typy artefaktů vhodné k mezikontrolě CMM (Obr. 20), v této části normy byly ponechány některé anglické pojmy z důvodu zabránění nejasnosti v překladu:

- ball plate – deska s koulemi,
- hole plate – deska s otvory,
- ball bar – tyč se dvěma koulemi,
- hole bar – tyč s otvory,
- multi-ball ball bar – tyč s více jak dvěma koulemi,
- kruhový artefakt (např. kalibrační kroužek),

- tyč, která je kinematically umístěna mezi referenční koulí a snímacím dotekem snímací hlavy CMM,
- podle potřeby může být vyrobená zkušební součást, která má prvky reprezentující typické geometrické tvary, je rozměrově stabilní, mechanicky robustní a drsnost povrchu má takovou, která významně neovlivní nejistotu měření [35].



Obr. 20) Příklady některých artefaktů dle ČSN EN ISO 10360-2:2010: a) ball plate [39], b) hole plate [14], c) ball bar [3], d) hole bar [40], e) multi ball ball bar [14], f) kalibrační kroužek [41]

6.4 Shrnutí

Akreditovaná kalibrační laboratoř ČMI Brno a akreditovaná zkušební laboratoř CEITEC Brno musí být v souladu s požadavky normy ČSN EN ISO/IEC 17025:2018 a musí tak udržovat metrologickou návaznost výsledků měření pomocí dokumentovaného nepřerušenoho řetězce kalibrací. Cílem této normy je podpora důvěry v pracovních činnostech laboratoře a norma tak tvoří základ pro akreditaci laboratoře.

Metrologická návaznost přístrojů SIOS NMM-1 a Rigaku nano3DX se vzhledem k stále neexistující normě pro počítačovou tomografii může řídit dle mezinárodní normy ČSN EN ISO 10360-2:2010, která se zabývá metrologickou způsobilostí CMM. Tato část normy se v

přílohách zabývá možnými typy artefaktů, které mohou být využity ke zkoušení CMM – tyto artefakty především figurují v oblastech průmyslových laboratoří s běžným CMM. Norma také zmiňuje, že jsou případy, kdy tyto artefakty nejsou dostupné nebo nejsou vyhotovené v požadovaných rozměrech. V takových případech je možné domluvit jiné možnosti artefaktů k zabezpečení kalibrované zkušební délky. Vzhledem k tomu, že návrh artefaktu (etalonu) pro oblast nanometrologie je koncipován pro nano-CMM a nano-CT, bude se návrh odvíjet od této uvedené informace a z konstrukčního hlediska bude spíše inspirován výše uvedenými typy artefaktů dle ČSN EN ISO 10360-2:2010.

Díky reálnému artefaktu bude ve výsledku dosaženo navázání Rigaku nano3DX na SIOS NMM-1, který je metrologicky navázán na helium-neonový stabilizovaný laserinterferometr v ČMI LPM Praha.

7 NÁVRH TECHNICKÉHO ŘEŠENÍ ETALONU DÉLKY

V této kapitole je proveden návrh technického řešení délkového etalonu, resp. artefaktu (dále artefakt). Reálný artefakt tak bude reprezentovat kalibrovanou zkušební délku, která bude ověřena nano-CMM strojem SIOS NMM-1 a bude tak sloužit k zajištění metrologické návaznosti nano-CT Rigaku nano3DX.

Jak již bylo zmíněno dříve, návrh artefaktu je vzhledem k dostupným mezinárodním normám, tvořen určitými prvky některého z artefaktů, které popisuje norma ČSN EN ISO 10360-2:2010 tak, aby jej bylo možné změřit nano-CMM strojem SIOS NMM-1. Laboratoř CEITEC Brno v konečném výsledku požaduje pro přístroj Rigaku nano3DX artefakt, jehož materiál bude s nízkou absorpcí, bude poskytovat dlouhodobou rozměrovou stabilitu a jeho velikost bude odpovídající danému rozměru zorného pole.

Zorná pole Rigaku nano3DX jsou:

- $0,7 \times 0,9$ mm,
- $1,4 \times 1,8$ mm,
- $2,8 \times 3,6$ mm,
- **$5,6 \times 7,2$ mm.**

Měřicí rozsah SIOS NMM-1:

- 25 mm \times 25 mm \times 5 mm.

Na základě domluvy mezi CEITEC Brno a ČMI Brno došlo k rozhodnutí, že návrh artefaktu musí být v souladu s normou ČSN EN ISO 17025:2018 a musí tak pokrývat celkové zorné pole Rigaku nano3DX. Realizaci návrhů artefaktů je proto nutno vytvořit pro nejmenší a největší zorné pole přístroje Rigaku nano3DX. V případě nejmenšího zorného pole je zřejmé, že artefakt musí být vytvořen velmi malými prvky – návrh a realizace toho artefaktu proběhla na ČMI Brno a je popsána na následujících stranách. V případě největšího zorného pole se pak nabízí, vzhledem k jeho velikosti, větší škála možností.

7.1 Artefakt pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm přístroje Rigaku nano3DX

Vzhledem k velikosti tohoto zorného pole a ekonomické dostupnosti materiálu je myšlenka artefaktu vycházející na základě konceptu některého z artefaktu tvořeného kuličkami, jehož kalibrovaná zkušební délka je vzdálenost mezi jednotlivými středy kuliček. Tento typ artefaktu se kvůli malým rozměrům standardně nevyrábí a musí tak dojít k vlastní realizaci. Rigaku nano3DX může ve svém nejmenším zorném poli dosahovat velikosti voxelu až $0,27$ μ m a pro kalibraci by byl vhodnější artefakt z kuliček s průměrem menší než $0,5$ mm [38]. Nejběžnějšími dostupnými materiály kuliček jsou rubín, nitrid křemíku a zirkon (Obr. 21).

Rubín je jeden z nejtvrdějších materiálů a vzhledem k průmyslovým požadavkům na optimální materiál kuličky vyhovuje u většiny měřících aplikací, včetně počítačové tomografie. Syntetický rubín je oxid hlinitý s čistotou 99 %, který při teplotě 2000 °C vytváří krystaly – použitím Verneuilovy metody. Verneuilova metoda se zakládá na tavení práškového materiálu v plamenu a ukládání kapek taveniny na chladnoucí povrch krystalu, který je umístěn v temperované komoře. Krystaly jsou následně nařezány a obrobony do přesného

kulovitého tvaru. Kuličky mají mimořádně hladký povrch, vysokou pevnost v tlaku a odolnost proti mechanickému poškozování [42][43].

Nitrid křemíku a rubín mají mnoho stejných vlastností. Nitrid křemíku je velmi tvrdý materiál odolný proti mechanickému poškozování a lze jej také opracovat do přesných kulovitých tvarů. Leštěním nitridu křemíku se dosahuje vysoce hladkého povrchu. Zirkon, resp. oxid zirkoničitý je vysoce pevným keramickým materiálem a jeho charakteristiky tvrdosti a opotřebení jsou velmi blízké rubínu [42].

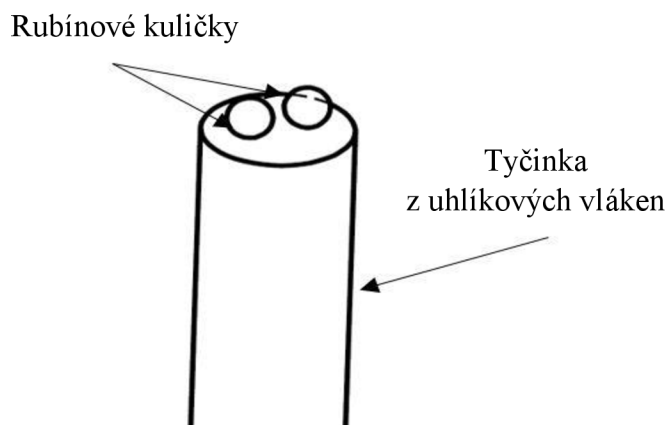


Obr. 21) a) rubín, b) nitrid křemíku, c) zirkon [42]

Na základě požadovaných rozměrů, ceny a dostupnosti byl jako vhodný materiál vybrán rubín – nejčastěji používaný materiál při výrobě snímacích dotyků. Rubínová kulička má také vhodné otěruvzdorné vlastnosti při kontaktu s ocelí – tato vlastnost je důležitá zejména při manipulaci s kuličkou.

Hlavní myšlenkou tohoto artefaktu je změření vzdálenosti dvou středů kuliček. Úvaha spojit dvě rubínové kuličky o průměru 0,3 mm dle konceptu ball bar tak, aby vyhovovala nejmenšímu zornému poli Rigaku nano3DX, je však takřka nerealizovatelná. Na tomto základě přichází v úvahu tyto rubínové kuličky nepojit, nýbrž je od sebe umístit dle konceptu ball plate. Vzhledem ke konstrukčnímu řešení přístroje Rigaku nano3DX (Obr. 12), je vhodné rubínové kuličky umístit např. na tyčinku, která bude v dostatečné výšce detektoru. Materiál, ze kterého je tyčinka vyrobena musí také splňovat požadavky na CT měření – nízká absorpce, dlouhodobá rozměrová stabilita a nízký teplotní součinitel roztažnosti. Vzhledem k těmto požadavkům se jako nejvhodnější materiál jeví tyčinka, která je vyrobena z uhlíkových vláken.

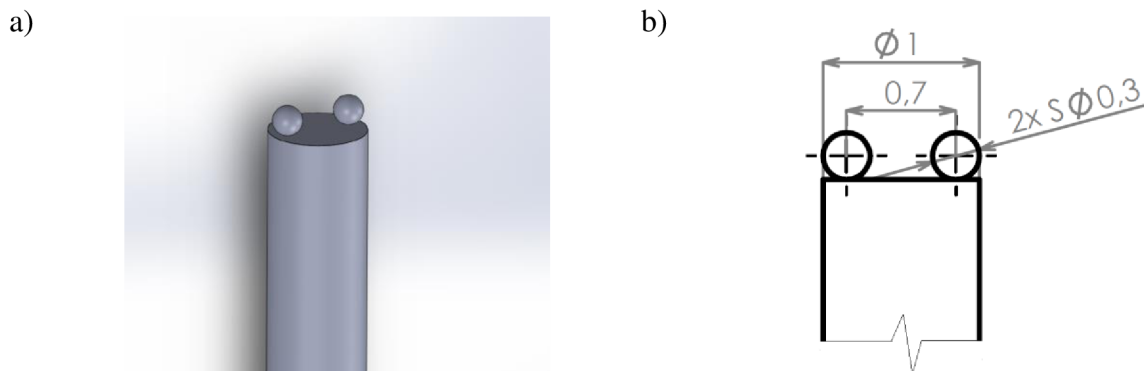
Návrh a realizace tohoto artefaktu vznikl na ČMI Brno podle níže uvedeného schématu, zobrazeného na (Obr. 22).



Obr. 22) Návrh artefaktu pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm přístroje Rigaku nano3DX

7.1.1 3D model

3D model návrhu artefaktu pro zorné pole zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm přístroje Rigaku nano3DX byl vytvořen v 3D CAD softwaru Solidworks (stejně tak byly vytvořeny i modely následující kapitoly). Model byl vytvořen dle požadovaných rozměrů rubínových kuliček (průměr menší než 0,5 mm) a tyčinky z uhlíkových vláken (Obr. 23).



Obr. 23) 3D model artefaktu pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm (a) dle požadovaných rozměrů rubínových kuliček (b)

7.1.2 Reálný model

ČMI Brno realizoval reálný artefakt pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm dle výše uvedeného návrhu. 3D tisk vzhledem k velikosti tohoto artefaktu nebylo možné provést – 3D tiskárny, které byly k dispozici, nejsou schopny tisknout v takovémto rozsahu. V tomto případě byl tedy vyroben reálný artefakt pracovníkem ČMI Brno Bc. Hortvíkem v přesné mechanické dílně oddělení primární nanometrologie a technické délky (Obr. 24).

V tomto případě se jednalo o velmi náročnou manuální výrobu s velmi malými prvky. Při umístění rubínových kuliček na čelo tyčinky nebylo možné dodržet navrhovanou vzdálenost středů kuliček (Obr. 23). Tato skutečnost však vzhledem k záměru artefaktu není významná – artefakt bude stále reprezentovat kalibrovanou vzdálenost dvou středů kuliček, která je přesně změřena na SIOS NMM-1.

Pro spojení rubínových kuliček s tyčinkou, byla použita epoxidová pryskyřice, jejíž vlastností je také nízká absorptivita, rozměrová stabilita a vysoká tvrdost [38].

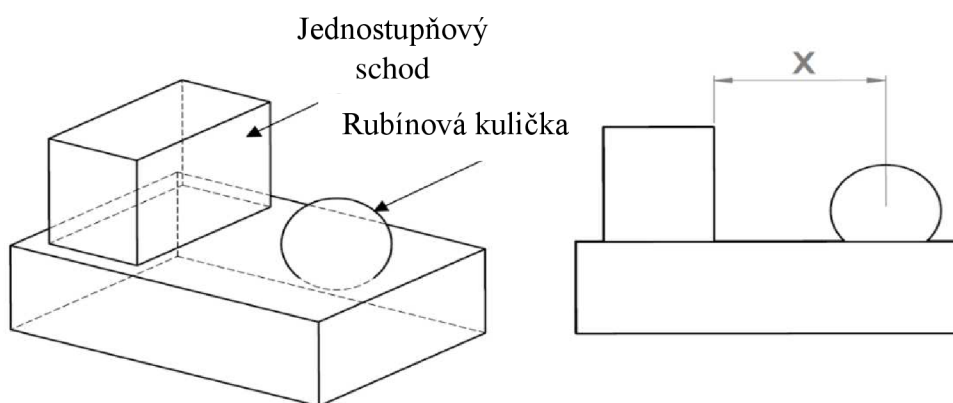


Obr. 24) Snímek reálného artefaktu pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm

7.2 Artefakt pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm přístroje Rigaku nano3DX

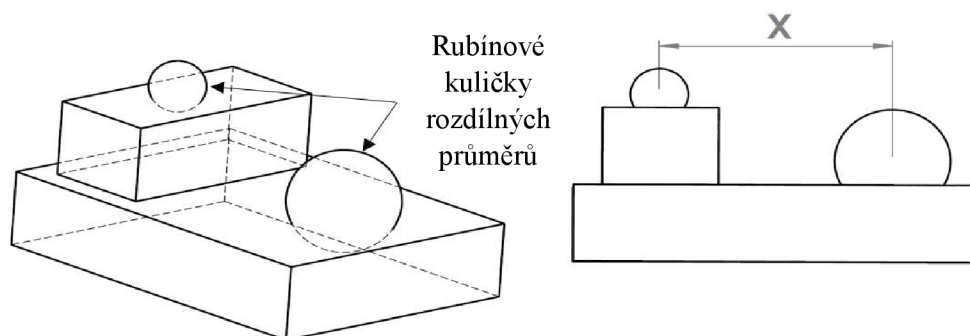
Artefakt pro velikost tohoto zorného pole vzniká také na základě, že běžné artefakty nejsou v takovémto rozměrovém provedení dostupné. Zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm nabízí vzhledem ke své velikosti více možností než zorné pole v předchozím případě. Při spolupráci s ČMI Brno vznikly proto dvě myšlenky konceptu artefaktu pro velikost tohoto zorného pole. Tyto návrhy jsou opětovně inspirovány normou ČSN EN ISO 10360-2:2010 – vyhovují měřicímu rozsahu obou přístrojů a jsou u nich kompenzovány konstrukční nedostatky artefaktu pro nejmenší zorné pole – viz kapitola 8.1.3.

První z návrhů je artefakt vycházející na základě sloučení konceptu stupňové měřky, resp. jednostupňového schodu a artefaktu tvořeného kuličkou. Rigaku nano3DX může v tomto případě zorného pole dosahovat velikosti voxelu $2,16 \mu\text{m}$ a ke kalibraci je tak možné využít kuličky o větším průměru než v předchozím případě. Zvolený průměr rubínové kuličky pro tento rozměr artefaktu je 2 mm. Myšlenka tohoto artefaktu vyplývá ze skutečnosti, že kalibrovaná zkušební délka X toho artefaktu bude vzdálenost středu rubínové kuličky a stěny, resp. roviny jednostupňového schodu (Obr. 25).



Obr. 25) První návrh artefaktu pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm přístroje Rigaku nano3DX, kde X reprezentuje kalibrovanou zkušební délku

Druhý návrh artefaktu pro toto zorné pole je podobný předchozímu, ale vychází opětovně z konceptu ball plate. V tomto případě se jedná o rubínové kuličky s rozdílnými průměry a jejich umístění v značně odlišné výšce. Zvolený průměr pro menší rubínovou kuličku je 1 mm a pro větší kuličku průměr 2 mm. Kalibrovaná zkušební délka X by byla v tomto případě vzdálenost středů těchto dvou kuliček (Obr. 26).



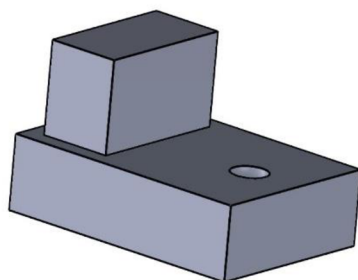
Obr. 26) Druhý návrh artefaktu pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm přístroje Rigaku nano3DX, kde X reprezentuje kalibrovanou zkušební délku

Stejně jako u artefaktu pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm, musí být tyto artefakty schopny umístění v dostatečné výšce detektoru Rigaku nano3DX. V tomto případě je možné artefakt také umístit na tyčinku většího průměru nebo zvolit uložení artefaktu do polystyrénu, který bývá velmi běžným přípravkem při CT měření. Vzhledem k rozměrům artefaktu, je možné tělo artefaktu (bez rubínové kuličky) vytisknout pomocí 3D tiskárny.

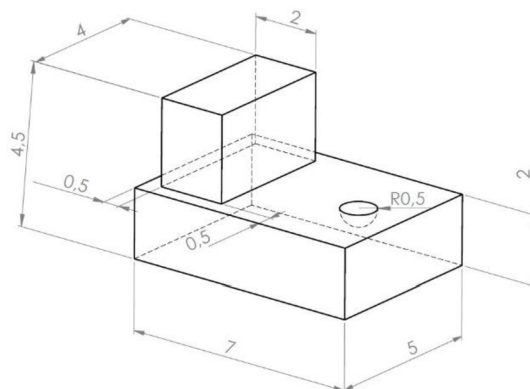
7.2.1 3D modely

Na níže uvedených obrázcích jsou ukázky 3D modelů dvou návrhů artefaktů pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm přístroje Rigaku nano3DX (Obr. 27) a (Obr. 28). Tyto 3D modely slouží k následnému 3D tisku prototypu artefaktu a k ověření jeho rozměrové kompatibility.

a)

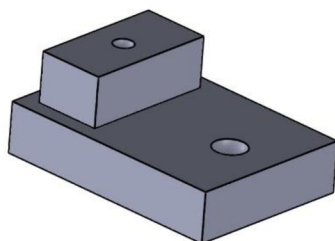


b)

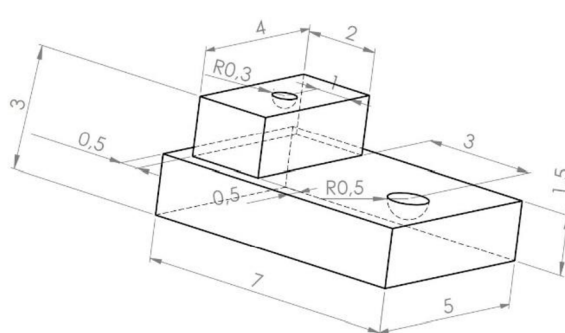


Obr. 27) 3D model prvního návrhu artefaktu pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm přístroje Rigaku nano3DX (a) a jeho rozměry (b)

a)



b)



Obr. 28) 3D model druhého návrhu artefaktu pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm přístroje Rigaku nano3DX (a) a jeho rozměry (b)

7.2.2 3D tisk

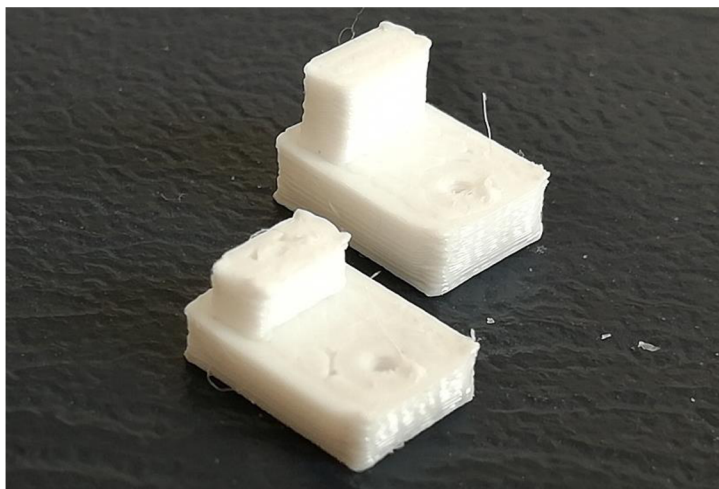
Plastový materiál je vzhledem ke své nízké absorpci obecně vhodný pro měření CT technologií [14]. V současné době CT technologie nabývá významu právě s neustálým vývojem 3D tisku, který umožňuje výrobu komplexních součástí s komplikovanou vnitřní strukturou [45].

Tisk návrhů artefaktů pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm proběhl na 3D tiskárně Original Prusa i3 MK3S (Obr. 29). Zvolený materiál tiskové struny byl PET – polyethylene terephthalate, který je velmi pevným a houževnatým materiálem [44]. Kvalita 3D tisku v takovém malém rozsahu je však velmi nízká. Proto tyto modely budou následně sloužit pouze k jejich ověření rozměrové kompatibility.



Obr. 29) 3D tiskárně Original Prusa i3 MK3S [44]

Na níže uvedeném obrázku je ukázka výsledného 3D tisku prototypu etalonu pro nejmenší zorné pole Rigaku nano3DX (Obr. 30).



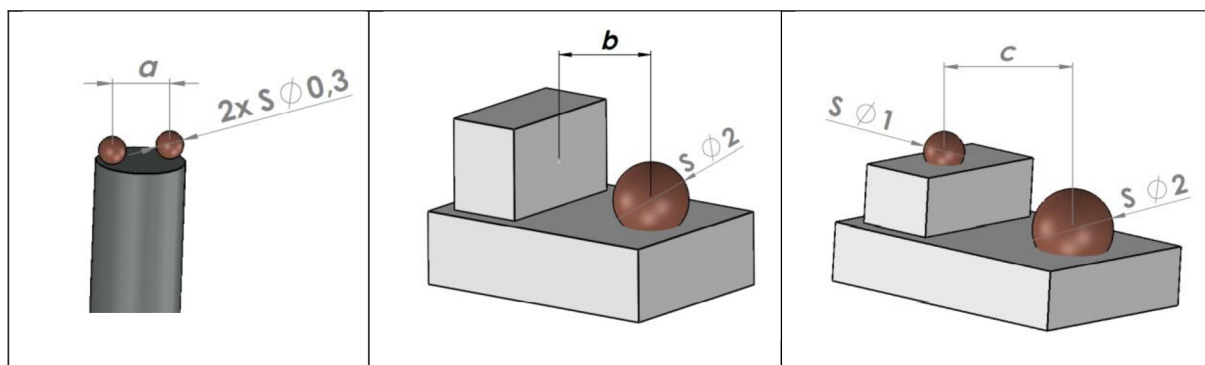
Obr. 30) 3D tisk prototypu artefaktů pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm přístroje Rigaku nano3DX

7.3 Shrnutí

Dle domluvy mezi CEITEC Brno a ČMI Brno jsou výše uvedené artefakty koncipovány pro nejmenší a největší zorné pole přístroje Rigaku nano3DX tak, aby bylo pokryto jeho celkové zorné pole – požadavek normy ČSN EN ISO 17025:2018. Pro nejmenší zorné pole ($0,7 \times 0,9$ mm) byl navrhnut a realizován artefakt na ČMI Brno, u kterého je kalibrovaná zkušební délka vzdálenost dvou středu rubínových kuliček o průměru 0,3 mm umístěných na čele tyčinky z uhlíkových vláken. Vzhledem k jeho velikosti nebylo možné tento výsledný návrh artefaktu vytisknout pomocí 3D tiskárny, ale došlo k jeho vlastní realizaci na ČMI Brno. V případě největšího zorného pole ($5,6 \times 7,2$ mm) došlo ve spolupráci s ČMI Brno ke dvěma návrhům

artefaktu. V prvním případě se jedná o artefakt, kde jeho kalibrovaná zkušební délka reprezentuje vzdálenost stěny jednostupňového schodu a středu rubínové kuličky. V druhém případě se jedná o artefakt, u kterého je kalibrovaná zkušební délka vzdálenost dvou středů rubínových kuliček rozdílných průměrů. Tyto kuličky jsou umístěny ve značně odlišné poloze – výšce. U těchto dvou artefaktů došlo k výrobě modelu pomocí 3D tiskárny.

Na níže uvedeném obrázku (Obr. 31) jsou ukázky 3D modelů výsledných návrhů artefaktů, kde délka a , b , c reprezentuje kalibrovanou zkušební délku.



Obr. 31) 3D modely návrhů artefaktů, kde délka a , b , c reprezentuje kalibrovanou zkušební délku reálného artefaktu

8 OVĚŘENÍ ROZMĚROVÉ KOMPATIBILITY 3D MODELŮ A OVĚŘOVACÍ MĚŘENÍ NÁVRHŮ ARTEFAKTŮ

Tato kapitola, se v případě artefaktu pro nejmenší zorné pole přístroje Rigaku nano3DX, zabývá přímo popisem měření kalibrované zkušební délky mezi středy rubínových kuliček přístroji SIOS a Rigaku – rozměrová kompatibilita je vzhledem k velikosti artefaktu u obou přístrojů vyhovující a mohlo tak dojít k samotnému měření. V případě artefaktů pro největší zorné pole dochází k ověření rozměrové kompatibility 3D tisku „těla“ artefaktu u přístroje Rigaku nano3DX – vzhledem k přísnějším rozměrovým požadavkům artefaktu než u SIOS NMM-1. Dále dochází k ověřovacímu měření artefaktů. Měření nano-CMM strojem SIOS NMM-1 bylo provedeno pracovníky ČMI Brno a měření přístrojem nano-CT Rigaku nano3DX pracovníky CEITEC Brno.

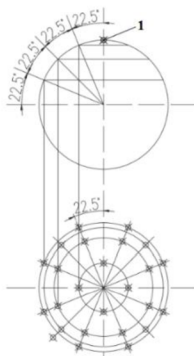
8.1 Ověřovací měření artefaktu pro zorné pole 0,7 × 0,9 mm přístroje Rigaku nano3DX

Tato část se zaměřuje na ověření rozměrů, resp. zkušební délky artefaktu přístroji Rigaku a SIOS. Kalibrovaná zkušební délka je v tomto případě vzdálenost mezi středy rubínových kuliček.

8.1.1 Měření přístrojem SIOS NMM-1

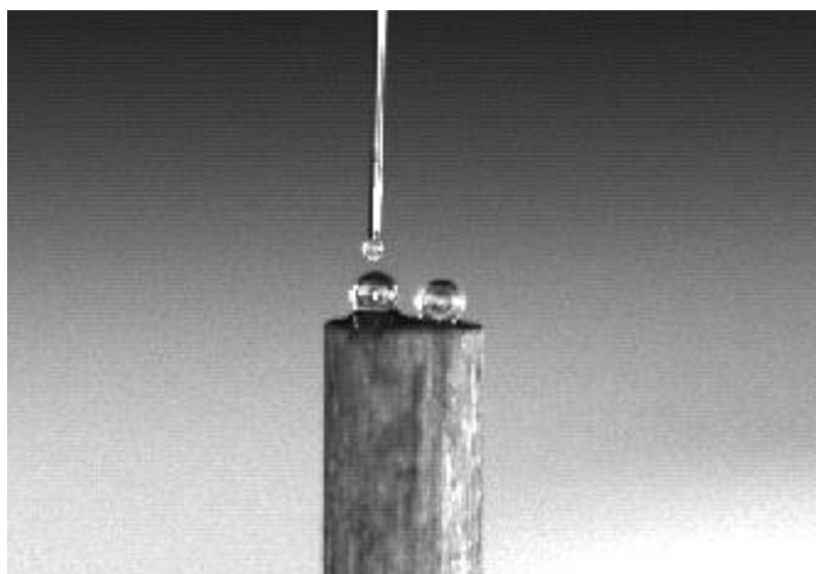
Měření bylo provedeno v souladu s normou ČSN EN ISO 10360-5:2010 [46], která se zaměřuje na zkoušky použitelné u CMM, používající dotkovou sondu s, anebo bez složených doteků. Pomocí měřicí sondy Gannen XP o průměru safírového doteku 0,12 mm je na rubínových kuličkách změřeno a zaznamenáno 25 bodů (Obr. 32) následujícím snímácím vzorem:

- jeden bod na pólu,
- čtyři body 22,5° pod pólem – rozložené rovnoměrně,
- osm bodů 45° pod pólem – rozložené rovnoměrně a otočené o 22,5° vzhledem k předchozí skupině,
- čtyři body 67,5° pod pólem – rozložené rovnoměrně a otočené o 22,5° vzhledem k předchozí skupině,
- osm bodů 90° pod pólem (rovník) – rozložené rovnoměrně a otočené o 22,5° vzhledem k předchozí skupině [46].



Obr. 32) Body dotyku [46]

Artefakt byl upevněn pomocí speciálně navrženého přípravku, který zamezil jakémukoliv nežádoucímu pohybu artefaktu a zaručil tak nízký rozptyl naměřených hodnot. Z důvodů zajištění opakovatelnosti, bylo měření za stejných podmínek 10-krát opakováno (Obr. 33) [38].



Obr. 33) SIOS NMM-1 – měření artefaktu pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm dotykovou sondou o průměru 0,12 mm.

Průměrná hodnota naměřené vzdálenosti přístrojem SIOS NMM-1 mezi dvěma středy rubínových kuliček je **579,183 μm** se směrodatnou odchylkou 0,010 μm . Nejistota snímače Gannen XP je stanovena výrobcem na 0,050 nm – což je největší složka ovlivňující celkovou nejistotu. Hlavním faktorem, který ovlivňuje tuto složku nejistoty, je teplotní drift, který byl minimalizován za použití krytu systému NMM-1 (viz Obr. 14) [38].

8.1.2 Měření přístrojem Rigaku nano3DX

Vstupní parametry CT měření jsou uvedeny v níže uvedené tabulce (Tab 3) . Vzhledem k vlastnostem tohoto typu artefaktu (materiál a konstrukční provedení) byl pro měření zvolen molybdenový rotační terč s napětím 50 kV – měděný, případně chromovaný terč, může být použit pouze pro menší hodnoty napětí [38].

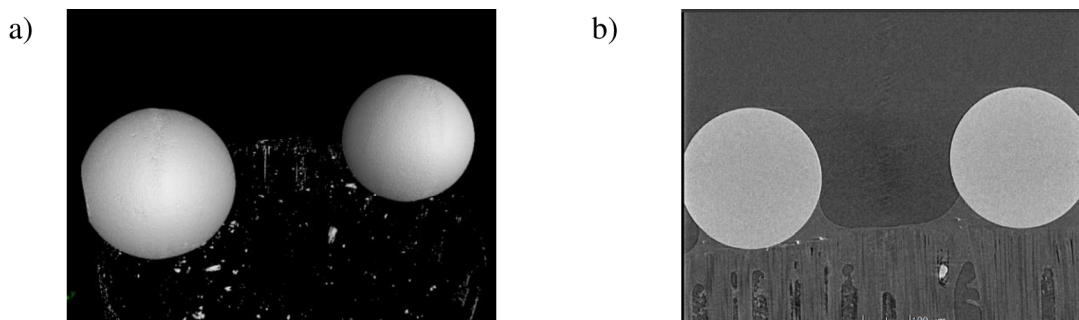
Tab 3) Vstupní parametry CT měření [38]

Rotační terč	Napětí	Velikost voxelu	Počet projekcí
Mo	50 kV	0.54 μm	800

Měření CT přístrojem zahrnuje kromě určení velikosti voxelu, také další důležitý krok, a to detekci hrany rubínových kuliček. Hrany byly určeny čtyřmi metodami, aby se potvrdilo, že měřená vzdálenost mezi středy je nezávislá na detekci hrany. Tyto metody (vzhledem k zaměření této DP) jsou popsány v [38] a vystupují zde pod názvy Metoda 1 až Metoda 4. Pro každou metodu detekce hrany bylo měření vzdálenosti dvou středů rubínových kuliček opakováno 5-krát. Průměrná vzdálenost s odpovídající směrodatnou odchylkou je uvedena v níže uvedené tabulce (Tab 4) . Na obrázku (Obr. 34) je ukázka rendru rubínových kuliček a tomografický řez [38].

Tab 4) Výsledné hodnoty měření vzdálenosti dvou středů rubínových kuliček přístrojem Rigaku nano3DX [38]

	Naměřená vzdálenost [μm]	Směrodatná odchylka [μm]
Metoda 1	575,47	0,02
Metoda 2	575,52	0,06
Metoda 3	575,52	0,07
Metoda 4	575,37	0,05



Obr. 34) Rigaku nano3DX – 3D rendr rubínových kuliček (a), tomografický řez (b) [38]

8.1.3 Diskuze

Měření na přístroji Rigaku nano3DX proběhlo na pracovišti CEITEC Brno. Důležitými kroky tohoto měření je správné určení velikosti voxelu a detekci hrany rubínových kuliček – ty byly určeny čtyřmi metodami, viz [38]. Tento krok ověřuje, že naměřená vzdálenost mezi středy rubínových kuliček je nezávislá na způsobu detekci hrany. Měření na přístroji SIOS NMM-1 proběhlo na pracovišti ČMI Brno a probíhalo tak, že bylo na rubínových kuličkách změřeno a zaznamenáno 25 bodů v souladu s normou ČSN EN ISO 10360-5:2011, aby se dosáhlo určení středů kuliček. Následně došlo k určení vzdálenosti těchto dvou středů. Výsledné hodnoty jsou uvedeny v níže uvedené tabulce (Tab 5)

Odchylky mezi jednotlivými metodami měření přístrojem Rigaku nano3DX jsou v řádu 0,1 μm , odtud plyne, že tento artefakt je vhodný ke kalibraci Rigaku nano3DX. Odchylka mezi měřením nano-CT a nano-CMM může být způsobena nepřesností měření vzdáleností mezi zdrojem a vzorkem, a zdrojem a detektorem. Proto je třeba provést kalibraci pomocí tohoto artefaktu vždy před měřením skutečného vzorku ve stejné poloze. Navrhnutý artefakt pro nejmenší zorné pole je tedy vhodný pro kalibraci Rigaku Nano3DX za použití molybdenového rotačního terče s napětím 50 kV [38].

Ze získaných poznatků při měření přístrojem Rigaku, vzešlo ze strany CEITEC Brno doporučení pro příští návrh artefaktu. U dalšího návrhu artefaktu se doporučuje umístění rubínových kuliček tak, aby se co nejvíce zabránilo jejich překrývání během projekce a aby jejich poloha nebyla na hranici zorného pole Rigaku. Tímto konstrukčním řešením, bude dosaženo vyšší kvality pořízených snímků [38].

Tab 5) Výsledky měření přístroji Rigaku a SIOS [38]

	Naměřená vzdálenost [μm]	Směrodatná odchylka [μm]
Rigaku nano3DX	Metoda 1	575,47
	Metoda 2	575,52
	Metoda 3	575,52
	Metoda 4	575,37
SIOS NMM-1	579,18	0,01

8.2 Ověření rozměrové kompatibility artefaktu pro zorné pole 5,6 × 7,2 mm přístroje Rigaku nano3DX a jeho ověřovací měření

Kapitola 8.2 se zpočátku zaměřuje na ověření rozměrové kompatibility vytisknutého 3D modelu artefaktu pro největší zorné pole přístroje Rigaku nano3DX. Ověření rozměrové kompatibility je především nutné u přístroje Rigaku nano3DX, jehož rozměrové požadavky na artefakt (zorné pole 5,6 × 7,2 mm) jsou přísnější než u přístroje SIOS NMM-1, kde je měřicí rozsah 25 mm × 25 mm × 5 mm – z tohoto důvodu bylo ověření rozměrové kompatibility provedeno na přístroji Rigaku. Další část této kapitoly se zaměřuje na ověřovací měření rubínových kuliček – toto měření je pro tento návrh směrodatné – etalonové.

Z uvedeného shrnutí předchozí kapitoly (8.1.3) lze konstatovat, že návrhy artefaktů pro největší zorné pole Rigaku jsou v tomto případě v souladu s doporučením CEITEC Brno, tj. umístění rubínových kuliček tak, aby se co nejvíce zabránilo jejich překrytí během projekce a aby jejich poloha nebyla na hranici zorného pole Rigaku.

8.2.1 Ověření rozměrové kompatibility vytisknutého 3D modelu – prototypu

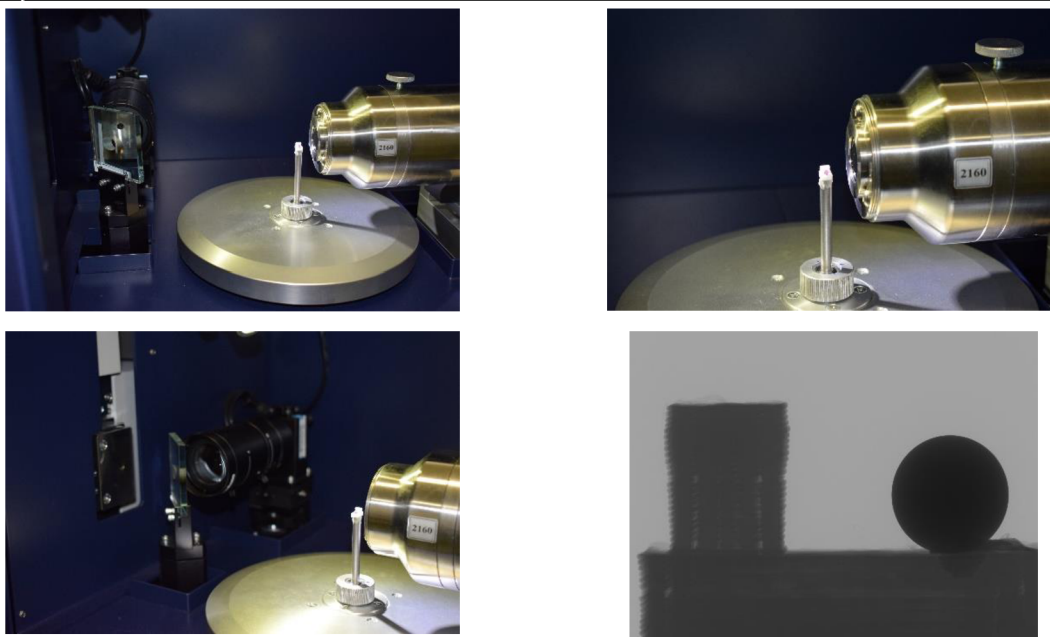
Jak už bylo na začátku této kapitoly uvedeno, ověření rozměrové kompatibility proběhlo na přístroji Rigaku nano3DX, u něhož jsou přísnější rozměrové požadavky na artefakt. Ověření proběhlo s prvním prototypem artefaktu pro toto zorné pole (artefakt s jednou kuličkou o průměru 2 mm a jednostupňových schodem), neboť jsou jeho rozměry větší než rozměry druhého návrhu artefaktu – lze tak předpokládat vzájemný soulad mezi jednotlivými návrhy. Rubínová kulička byla v tomto případě manuálně připevněna plastickou hmotou „Flabr“, aby nedošlo k jejímu poškození a mohla tak být použita pro nastávající reálný artefakt.

Prototyp prvního návrhu artefaktu byl připevněn na přípravek, který byl poskytnutý přímo zkušební laboratoří CEITEC Brno (Obr. 35). Lze tak předpokládat, že typ tohoto přípravku může být využit i v budoucnu pro již reálný artefakt.



Obr. 35) Prototyp prvního návrhu artefaktu pro zorné pole 5,6 × 7,2 mm s kuličkou o průměru 2 mm (vlevo) a jeho upevnění na přípravek (vpravo)

Níže je uveden soubor snímků, který vznikl při ověřování rozměrové kompatibility prototypu artefaktu a také rastr, který odpovídá zornému poli 5,6 × 7,2 mm pořízený přístrojem Rigaku nano3DX (Obr. 36).



Obr. 36) Ověřování rozměrové kompatibility prototypu artefaktu pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm přístroje Rigaku nano3DX

Dle výše uvedených fotografií a rastru došlo spolu s pracovníky CEITEC Brno k závěru, že toto rozměrové řešení návrhů etalonů je kompatibilní a je proto možné do budoucna vytvořit reálný artefakt, který bude sloužit pro kalibraci přístroje Rigaku nano3DX a bude metrologicky navázán na SIOS NMM-1.

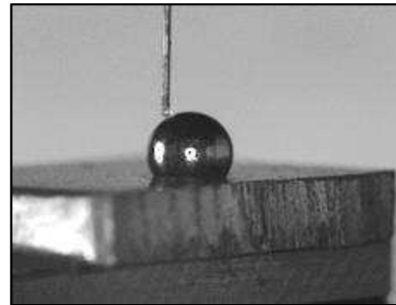
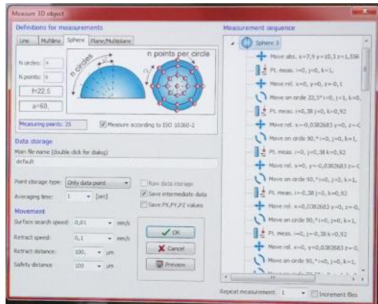
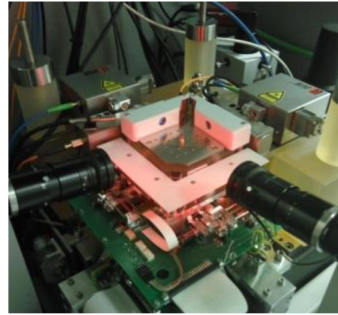
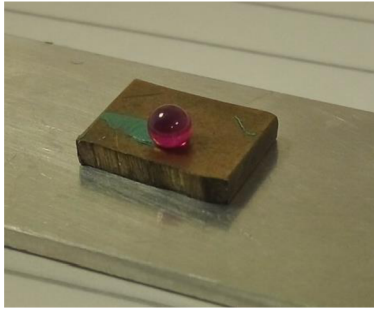
8.2.2 Ověřovací měření

Ověřovací měření v těchto případech artefaktů spočívalo v měření průměru rubínových kuliček – průměr 1 mm a 2 mm. Toto měření je pro tento stav směrodatné – etalonové. Výsledná kalibrovaná zkušební délka může být přeměřena až u reálného artefaktu – viz kapitola 9. Měření průměru rubínových kuliček je v případě měření na nano-CMM stroji primární a měření rozteče sekundární, avšak v případě nano-CT je to opačně.

Měření SIOS NMM-1 probíhalo opět v souladu s normou ČSN EN ISO 10360:2010, viz začátek kapitoly 8.1.1 a bylo opakováno za stejných podmínek 10-krát. Rozdíl byl pouze v použité měřicí sondě Gannan XP – průměr safírového doteku byl 0,3 mm. Naměřené hodnoty průměrů kuliček jsou uvedeny v níže uvedené tabulce (Tab 6). Na ČMI Brno v případě kuličky o průměru 2 mm došlo i k přeměření průměru kuličky délkoměrem SIP 1002M a laserinterferometrem Renishaw XL80. Soubor snímků, který vznikl při ověřovacím měření průměru rubínových kuliček, je znázorněn na obrázcích níže (Obr. 37).

Tab 6) Výsledné hodnoty měření rubínových kuliček o průměru 1 mm 2 mm na ČMI Brno

Přístroj	Nominální průměr kuličky [mm]	Naměřená vzdálenost [μm]	Směrodatná odchylka [μm]
SIOS NMM-1	1	1000,03	0,21
	2	2000,11	0,17
SIP XL-80	2	2000,05	0,11



Obr. 37) SIOS NMM-1 – ověřovací měření průměru rubínových kuliček

Při měření přístrojem Rigaku nano3DX byly pro měření průměru kuličky 1 mm nastaveny níže uvedené parametry (Tab 7) . Vzhledem k velikosti průměru rubínové kuličky bylo použito zorné pole velikosti $1,4 \times 1,8$ mm, měření rubínové kuličky bylo 3-krát opakováno a hrana byla detekována Metodou 1 [38].

Tab 7) Vstupní parametry CT měření průměru kuličky 1 mm, zorné pole $1,4 \times 1,8$ mm [38]

Rotační terč	Napětí	Velikost voxelu	Počet projekcí
Mo	50 kV	1,08 μm	800

Výsledné hodnoty měření rubínové kuličky o průměru 1 mm jsou zobrazeny v níže uvedené tabulce (Tab 8) V případě měření rubínové kuličky o průměru 2 mm došlo pouze k ověření rozměrů podle rastru, který odpovídá průměru 2 mm – viz diskuze v závěru této podkapitoly.

Tab 8) Výsledné hodnoty měření rubínové kuličky o průměru 1 mm přístrojem Rigaku nano3DX [38]

Metoda 1	Naměřená vzdálenost [μm]	Směrodatná odchylka [μm]
	994,37	0,06

8.2.3 Diskuze

Ověření rozměrové kompatibility pro největší zorné pole Rigaku nano3DX proběhlo s prototypem artefaktu tvořeným kuličkou o průměru 2 mm a jednostupňovým schodem. Rozměry tohoto návrhu jsou větší než rozměry návrhu tvořeného dvěma kuličkami, lze tak předpokládat vzájemný soulad mezi jednotlivými návrhy. Dle dosažených výsledků (Obr. 36) a diskuzi s pracovníky CEITEC Brno se došlo k závěru, že tyto návrhy artefaktů jsou kompatibilní a je tak možné je využít při vytváření reálného artefaktu. Ověřovací měření v těchto případech spočívalo v měření průměru rubínových kuliček – toto ověřovací měření je směrodatné – etalonové. Tyto kuličky budou následně použity na reálný artefakt a pro přístroj

SIOS NMM-1 je měření průměrů kuliček primární, měření vzdálenosti mezi jednotlivými středy příp. vzdálenosti od středu ke stěně jednostupňového schůdku je až sekundární. Avšak u Rigaku nano3DX je tomu naopak.

V případě měření SIOS NMM-1 došlo k měření rubínových kuliček o průměru 1 a 2 mm, u kuličky průměru 2 mm došlo i k ověření délkoměrem SIP 1002M a laserinterferometrem Renishaw XL-80. Přístrojem Rigaku nano3DX byla měřena kulička o průměru 1 mm. Výsledky měření jednotlivými přístroji jsou uvedeny v tabulce níže (Tab 9).

Dosažené výsledky při měření rubínové kuličky o průměru 1 mm ukázaly významnou odchylku u jednotlivých měřicích přístrojů Rigaku a SIOS. Zdroj této odchylky nelze přesně určit, protože měření průměru pouze jedné kuličky je u nano-CT Rigaku ovlivněno jak chybou spojenou s určením správné velikosti voxelu, tak detekcí hran. Z tohoto důvodu je pro kalibraci Rigaku vhodné, aby byl výsledný artefakt tvořený nejlépe dvěma kuličkami s kalibrovanou zkušební délkou mezi středy těchto kuliček [38]. Ověřovací měření kuličky o průměru 2 mm nebylo z tohoto důvodu provedeno, nýbrž došlo pouze k ověření rozměrů podle rastru.

Na základě dosažených poznatků, lze říci, že pro kalibraci Rigaku a metrologickou návaznost na SIOS je vhodné, aby byl reálný artefakt tvořený, stejně jako v případě artefaktu pro nejmenší zorné pole, také dvěma kuličkami. Odtud je zřejmé, že jako vhodný návrh pro největší zorné pole je artefakt tvořený dvěma kuličkami rozdílných průměrů. Toto konstrukční řešení splňuje i doporučení ze strany CEITEC Brno, které vzešlo při měření artefaktu pro nejmenší zorné pole – umístění rubínových kuliček tak, aby se co nejvíce zabránilo jejich překrývání během projekce. Naproti tomu technické řešení návrhu artefaktu, které je tvořeno jednou kuličkou a stupňovitým schodem, by bylo možné využít u metody Free-Form, což je metoda sloužící pro kalibraci CMM při měření v rozdílných orientacích.

Tab 9) Výsledky měření přístroji Rigaku a SIOS [38]

Přístroj	Nominální průměr kuličky [mm]	Naměřená vzdálenost [μm]	Směrodatná odchylka [μm]
SIOS NMM-1	1	1000,03	0,21
	2	2000,11	0,17
SIP XL-80	2	2000,05	0,11
Rigaku nano3DX	1	994,37	0,06

9 VYHODNOCENÍ SOUBORU OVĚŘOVACÍCH MĚŘENÍ NA OBOU PŘÍSTROJÍCH

Tato kapitola se zabývá stručným shrnutím ověřovacího měření jednotlivých artefaktů na obou přístrojích. V závěru této kapitoly je volba výsledného návrhu artefaktu, která vznikla na základě získaných poznatků z výše uvedeného měření.

Soubor měření byl u artefaktu pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm proveden přístroji SIOS NMM-1 a Rigaku nano3DX. U SIOS NMM-1 byly primárně měřeny průměry rubínových kuliček a sekundárně jejich rozteč. V případě Rigaku nano3DX je tomu přesně naopak. Výsledné hodnoty jsou pro lepší přehled ještě jednou uvedeny v (Tab 10) Dle dosažených výsledků lze konstatovat, že tento artefakt může být použit ke kalibraci přístroje Rigaku nano3DX pro měření v zorném poli $0,7 \times 0,9$ mm. Před samotným měřením v tomto zorném poli je však nutné provádět kalibraci prostřednictvím tohoto artefaktu ve stejné poloze jako při měření skutečného vzorku. Z výsledků měření vzešlo ze strany CEITEC Brno doporučení pro příští návrh artefaktu a to umístění rubínových kuliček tak, aby se co nejvíce zabránilo jejich překrývání během projekce. Umístění jednotlivých prvků by mělo být voleno tak, aby jejich poloha nebyla na hranici zorného pole Rigaku. [38].

Tab 10) Výsledky měření artefaktu pro zorné pole $0,7 \times 0,9$ mm [38]

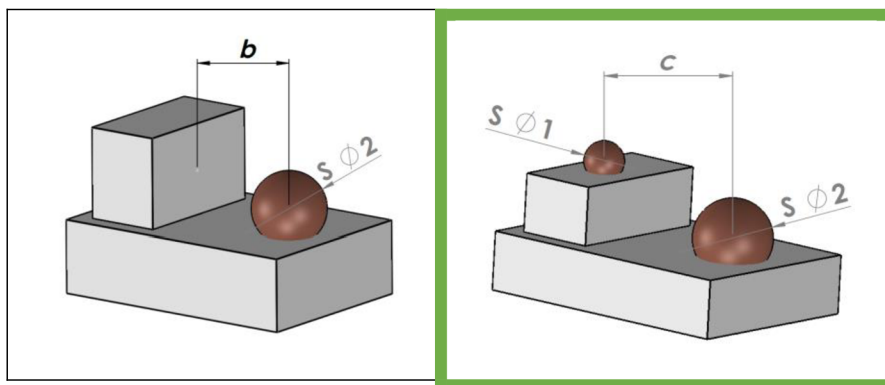
		Naměřená vzdálenost [μm]	Směrodatná odchylka [μm]
Rigaku nano3DX	Metoda 1	575,47	0,02
	Metoda 2	575,52	0,06
	Metoda 3	575,52	0,07
	Metoda 4	575,37	0,05
SIOS NMM-1		579,18	0,01

U zorného pole $5,6 \times 7,2$ mm se soubor měření skládal z měření průměrů jednotlivých rubínových kuliček. Vytisknutý 3D model návrhu sloužil pouze k ověření jeho rozměrové kompatibility, kde v závěru došlo k rozhodnutí, že toto rozměrové řešení návrhů etalonů je kompatibilní a je možné na tomto návrhu vytvořit reálný artefakt. V případě SIOS NMM-1 proběhlo měření průměru rubínových kuliček – nominální průměr 1 mm a 2 mm. V případě větší kuličky došlo i k ověření délkoměrem SIP 1002M a laserinterferometrem Renishaw XL80. Výsledné hodnoty jsou uvedeny v (Tab 11) . Tyto kuličky jsou tak podrobeny kalibraci a lze je využít k vytvoření reálnému artefaktu. Měření průměru kuličky u Rigaku nano3DX je v tomto ohledu obtížné, to dokazuje odchylka u jednotlivých měřicích přístrojů. Měření u nano-CT je ovlivněno jak chybou spojenou s určením správné velikosti voxelu, tak detekcí hrany. Na základě tohoto poznatku je zřejmé, že pro kalibraci Rigaku nano3DX je vhodný artefakt, který nebude tvořen pouze jednou kuličkou a stupňovitým schodem, ale bude také tvořen dvěma kuličkami.

Tab 11) Výsledky měření artefaktu pro zorné pole $5,6 \times 7,2$ mm [38]

Přístroj	Nominální průměr kuličky [mm]	Naměřená vzdálenost [μm]	Směrodatná odchylka [μm]
SIOS NMM-1	1	1000,03	0,21
	2	2000,11	0,17
SIP XL-80	2	2000,05	0,11
Rigaku nano3DX	1	994,37	0,06

Dle výše uvedených poznatků, je jako vhodný návrh artefaktu pro kalibraci největšího zorného pole přístroje Rigaku nano3DX vybrán návrh, který je tvořen dvěma kuličkami rozdílných průměrů (Obr. 38). Technické řešení tohoto artefaktu je v souladu s poznatky, které vzešly ze strany CEITEC Brno jak při měření artefaktu pro nejmenší zorné pole, tak při měření samotné rubínové kuličky. Tělo artefaktu, do kterého budou uloženy rubínové kuličky, by mělo být vyrobené z materiálu, jenž bude dlouhodobě rozměrově stabilní, bude mít nízkou absorpci a nízký součinitel roztažnosti. Tyto požadavky splňuje například materiál zerodur, ze kterého je vyrobený rám u přístroje SIOS NMM-1. Reálný artefakt by tedy mohl být tvořen tělem, vyrobeným ze zeroduru, ve kterém by byly uloženy rubínové kuličky. Kalibrovaná zkušební délka zjištěná nano-CMM strojem SIOS NMM-1 by byla vzdálenost středů těchto dvou kuliček.



Obr. 38) Vybraný návrh vhodného artefaktu pro kalibraci největšího zorného pole přístroje Rigaku nano3DX (zeleně)

10 ZÁVĚR

Diplomová práce se zabývala návrhem vhodného etalonu, resp. artefaktu délky pro oblast nanometrologie na pracovištích kalibrační laboratoře primární nanometrologie ČMI Brno a zkušební laboratoře rentgenové počítačové mikro a nano tomografie CEITEC Brno, které spolu poskytují akreditovaná měření. Obě tyto laboratoře disponují, mimo jiné, měřicími přístroji, které jsou využívány pro přesná délková měření v oblasti nanometrologie.

V současné době zkušební laboratoř CEITEC Brno poskytuje akreditovaná měření dvěma mikrotomografickými stanicemi GE, které se vyznačují velkým rozsahem a tím možností měření poměrně velkých vzorků. Neustálý vývoj v oblasti nanotechnologií je však provázen nároky v oblasti nanometrologie a CEITEC Brno tak rozšiřuje svou zkušební laboratoř o nanotomografickou stanicí Rigaku nano3DX – nano-CT, kterou je také vhodné podrobit akreditaci. Z tohoto důvodu je kladen požadavek ze stran ČMI Brno a CEITEC Brno na vytvoření vhodného etalonu délky – v dnešní době na trhu není možné získat etalon délky, který by vyhovoval požadavkům nano-CT Rigaku. Délkový etalon bude zajišťovat metrologickou návaznost (jeden z požadavků při akreditaci) přístrojů Rigaku nano3DX a SIOS NMM-1, kterým disponuje kalibrační laboratoř ČMI Brno. SIOS NMM-1 slouží k přesnému délkovému měření v řádech nm, jedná se tedy o nano-CMM.

Diplomová práce je zpočátku tvořená stručnou rešerší základních pojmů z oblasti metrologie a tomografie tak, aby čtenář lépe pochopil danou problematiku. Další část je zaměřena na popis přístrojů Rigaku nano3DX a SIOS NMM-1. Rigaku nano3DX je rentgenový mikroskop, který je schopný vytvořit 3D snímky vzorků s vysokým prostorovým rozlišením. Díky tomuto rozlišení dokáže zařízení měřit na úrovni několika stovek nanometrů. V případě Rigaku nano3DX se tedy jedná o měření CT technologií – nedestruktivní metoda měření. Naproti tomu SIOS NMM-1 je souřadnicový měřicí stroj s rozlišením 0,1 nm. SIOS nabízí k tomuto typu širokou nabídku různých typů senzorů, pro tuto práci byla vybrána metoda dotykového měření měřicí 3D dotykovou sondou Gannen XP.

Další kapitola je věnována analýze požadavků na metrologickou návaznost těchto dvou přístrojů a na hmotný délkový etalon použitelný v oblasti nanometrologie. Vzhledem k tomu, že pro CT technologií prozatím neexistuje žádná mezinárodní norma, metrologická návaznost přístrojů SIOS a Rigaku se může řídit dle normy ČSN EN ISO 10360-2:2010, protože CT systémy musí poskytovat srovnatelné výsledky jako CMM stroje s dotykovou sondou [33][34]. Tato norma se zabývá i možnými typy etalonů, resp. artefaktů, které mohou být využity ke zkoušení CMM. Vzhledem k tomu, že návrh artefaktu je koncipován pro přístroje v oblasti nanometrologie, tzn. je tvořený velmi malými prvky, výsledný návrh je spíše těmito typy artefaktů inspirován. Ze strany nano-CT pak materiál artefaktu musí mít nízkou absorpci, dlouhodobou rozměrovou stabilitu, nízký teplotní součinitel roztažnosti a jeho rozměry musí vyhovovat danému zornému poli. V neposlední řadě musí jak laboratoř ČMI Brno, tak CEITEC Brno být v souladu s požadavky normy ČSN EN ISO/IEC 17025:2018 a musí tak udržovat metrologickou návaznost výsledků měření pomocí dokumentovaného nepřerušovaného řetězce kalibrací.

Následující část je zaměřena na možnosti technického řešení návrhu artefaktu. Návrhy artefaktů jsou koncipovány pro nejmenší a největší zorné pole přístroje Rigaku nano3DX tak, aby byly splněny požadavky normy ČSN EN ISO/IEC 17025:2018. Dále jsou návrhy artefaktů

tvořené určitými prvky, které popisuje norma ČSN EN ISO 10360:2010. V případě nejmenšího zorného pole byl navrhnut a realizován artefakt na ČMI Brno, který se skládá ze dvou rubínových kuliček o průměru 0,3 mm umístěnými na tyčince z uhlíkových vláken. Kalibrovaná zkušební délka je tedy vzdálenost středů těchto rubínových kuliček. Velikost tohoto artefaktu neumožnila tisk pomocí 3D tiskárny, ale došlo přímo k vlastní realizaci na ČMI Brno. V případě artefaktu pro největšího zorné pole, který je hlavním předmětem této diplomové práce, došlo ke dvěma návrhům. V prvním případě se jedná o artefakt, u kterého by byla, ve výsledném provedení, kalibrovaná zkušební délka vzdálenost stěny jednostupňového schodu a středu rubínové kuličky. V případě druhém jde o artefakt složený ze dvou rubínových kuliček, umístěných v rozdílné poloze – výšce. U tohoto typu je kalibrovaná zkušební délka opět vzdálenost dvou středů rubínových kuliček. Z návrhů artefaktů pro největší zorné pole Rigaku nano3DX byly vytvořeny 3D modely (těla artefaktů) v programu SolidWorks a následný 3D tisk. Vytisknutý prototyp návrhu artefaktu s jednou rubínovou kuličkou a stupňovitým schodem byl, vzhledem ke svým větším rozměrům, využit k ověření rozměrové kompatibility u přístroje Rigaku nano3DX, který má přísnější rozměrové požadavky. Závěrem této části bylo, že rozměrové řešení návrhů etalonů je plně kompatibilní s měřicími přístroji

Závěr této práce se zabývá vyhodnocením souboru ověřovacích měření a následnou možností volby konečného návrhu artefaktu, který bude ve výsledném provedení sloužit ke kalibraci přístroje Rigaku nano3DX. V případě artefaktu pro nejmenší zorné pole došlo k závěru, že jej lze použít ke kalibraci přístroje Rigaku. V případě artefaktu pro největší zorné pole, byla na základě poznatků z ověřovacího měření, vybrána možnost návrhu artefaktu tvořeného dvěma rubínovými kuličkami. Toto konstrukční upořádání vyhovuje největšímu zornému poli a také více zamezuje překrývání prvků během projekce. Tělo artefaktu by ve výsledném provedení mohlo být vyrobeno z materiálu zerodur, jehož vlastnosti odpovídají požadavkům pro měření CT technologií. Díky tomuto artefaktu bude ve výsledku dosaženo navázání přístroje Rigaku nano3DX na SIOS NMM-1.

11 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] Rentgenová výpočetní tomografie – nabídka akreditovaných měření. *Český metrologický institut* [online]. Brno: ČMI, 2017 [cit. 2018-11-09]. Dostupné z: <https://www.cmi.cz/node/964>
- [2] Vybavení. *CEITEC* [online]. Brno: CEITEC VUT [cit. 2018-11-30]. Dostupné z: <http://ctlab.ceitec.cz/cs/vybaveni/>
- [3] Školení rentgenové výpočetní tomografie. *CEITEC* [online]. 2018 [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: <http://ctlab.ceitec.cz/cs/novinky/skoleni-rentgenove-vypocetni-tomografie/>
- [4] TNI 01 0115:2009 *Mezinárodní metrologický slovník – Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny (VIM)*. 3. vydání. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2009.
- [5] Zákon č. 505/1990 Sb.: Zákon o metrologii. In: *Sbírka zákonů*. 16. listopadu 1990.
- [6] PETŘKOVSKÁ, Lenka a Lenka ČEPOVÁ. *Strojírenská metrologie*. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, 2011.
- [7] LEACH. *Fundamental principles of engineering nanometrology*. Second edition. Amsterdam: Elsevier, William Andrew, 2014. ISBN 978-1-4557-7753-2.
- [8] Národní metrologický systém České republiky. *ÚNMZ* [online]. [cit. 2019-01-09]. Dostupné z: <http://www.unmz.cz/urad/narodni-metrologicky-system-ceske-republiky>
- [9] Často kladené otázky – Zkušebnictví. *ÚNMZ* [online]. [cit. 2019-01-10]. Dostupné z: <http://www.unmz.cz/urad/casto-kladene-otazky-zkusebnictvi>
- [10] Akreditace. *Český institut pro akreditaci, O.P.S* [online]. [cit. 2019-01-10]. Dostupné z: https://www.cai.cz/?page_id=54
- [11] WHITEHOUSE, D. J. Nanometrology. *Contemporary Physics*. 2008, **49**(5), 351-374. DOI: 10.1080/00107510802611251. ISSN 0010-7514. Dostupné také z: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/00107510802611251>
- [12] JHA, Sunil a Vijay Kumar JAIN. *Nano-Finishing Techniques*. Indie: Indian Institute of Technology Kanpur - 208016, 2015, 25. Dostupné také z: https://www.researchgate.net/publication/267933906_Nano-Finishing_Techniques
- [13] Nanometrologie. *Nanometrologie.cz* [online]. [cit. 2019-01-28]. Dostupné z: <http://nanometrologie.cz/cz/index.php>
- [14] KRUTH, J.P., M. BARTSCHER, S. CARMIGNATO, R. SCHMITT, L. DE CHIFFRE a A. WECKENMANN. Computed tomography for dimensional metrology. *CIRP Annals*. 2011, **60**(2), 821-842. DOI: 10.1016/j.cirp.2011.05.006. ISSN 00078506. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0007850611002083>
- [15] Phoenix v|tome|x c: Compact production oriented, affordable CT solution for 3D failure analysis and precision 3D metrology. *Measurement & Control* [online]. 2014 [cit. 2019-02-05]. Dostupné z: <http://www.ndt.com.tr/Upload/Dokumanlar/1362018162344393.pdf>

- [16] MUNSHI, Prabhat. Tomography. *Resonance*. 2007, **12**(11), 54-62. DOI: 10.1007/s12045-007-0114-2. ISSN 0971-8044. Dostupné také z: <http://link.springer.com/10.1007/s12045-007-0114-2>
- [17] CHRISTOPH, Ralf a Hans Joachim NEUMANN. *X-ray Tomography in Industrial Metrology: Precise, Economical and Universal*. Germany: Sellier Druck GmbH, 85354 Freising, 2011. ISBN 978-3-86236-020-8.
- [18] Nemocnice Na Homolce pracuje s unikátním CT od společnosti Siemens. *Siemens Česká republika Tiskové centrum* [online]. 2011 [cit. 2019-03-03]. Dostupné z: <https://www.siemens.cz/press/nemocnice-na-homolce-pracuje-s-unikatnim-ct-od-spolecnosti-siemens-nove-moznosti-lekarske-diagnostiky-radikalni-snizeni-radiacni-zateze-pro-pacienty>
- [19] Industrial CT. *Hamamatsu – photon is our business* [online]. [cit. 2019-03-15]. Dostupné z: https://ndt.hamamatsu.com/eu/en/app-industrial/industrial_ct.html
- [20] MAJI, Kanchan. *Static and Transient stress analysis of Human Bone*. Kolkata, 2015, 97. Dostupné také z: https://www.researchgate.net/publication/283870956_Static_and_Transient_stress_analysis_of_Human_Bone
- [21] STRIČEK, Daniel. Průmyslové CT – podpora kvality. *PBT* [online]. [cit. 2019-03-25]. Dostupné z: <https://www.pbt.cz/cz/clanky/prumyslove-ct-podpora-kvality>
- [22] Rigaku nano3DX X-ray microscope. *Lab+Life SCIENTIST* [online]. [cit. 2019-04-02]. Dostupné z: <https://www.labonline.com.au/content/analytical-instrumentation/product/rigaku-nano3dx-x-ray-microscope-35108024>
- [23] KALASOVÁ, Dominika. *Využití fázového kontrastu v rentgenové počítačové tomografii*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2016.
- [24] Nano3DX X-ray microscope: Sub-micron computed tomography (CT) for life science. *AXT* [online]. [cit. 2019-04-09]. Dostupné z: <https://www.axt.com.au/wp-content/uploads/2014/03/nano3DX-A4-lores.pdf>
- [25] BLAŽEK, Pavel, Jan ŠRÁMEK, Tomáš ZIKMUND, Dominika KALASOVÁ, Václav HORTVÍK, Petr KLAPETEK a Jozef KAISER. Voxel size and calibration for CT measurements with a small field of view. *CEITEC* [online]. [cit. 2019-04-12]. Dostupné z: <http://ctlab.ceitec.cz/files/271/292.pdf>
- [26] LANGLOTZ, Enrico, Denys DONTSOV a Walter SCHOTT. *3D capability for nanopositioning and nanometrology: Precision, flexible, broad-range measurement of three-dimensional objects*. 2011. Dostupné také z: http://www.sios-de.com/wp-content/uploads/2015/09/NMM_L-P_e_-1-11.pdf
- [27] STRIČEK, Daniel. PRŮMYSLOVÉ CT – ŘEŠENÍ PRO NÁROČNÉ APLIKACE. *Engineering.sk* [online]. [cit. 2019-04-18]. Dostupné z: <https://www.engineering.sk/clanky2/stroje-a-technologie/3424-prumyslove-ct-reseni-pro-narocne-aplikace>
- [28] VILLARRAGA-GÓMEZ, Herminso, Stuart T. SMITH a Chabum LEE. Dimensional metrology with X-ray CT: A comparison with CMM measurements on internal features and compliant structures. *Precision Engineering*. 2018, 291-307. ISSN 01416359. Dostupné také z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014163591630157X?via%3Dihub>

- [29] SLADEK, Jerzy A. *Coordinate metrology: accuracy of systems and measurements*. Heidelberg: Springer, 2016. Springer tracts in mechanical engineering. ISBN 978-3-662-48463-0.
- [30] ČSN EN ISO/IEC 17025: *Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří*. Praha: Česká agentura pro standardizaci, 2018.
- [31] Základní pojmy. *Český metrologický institut* [online]. [cit. 2019-04-23]. Dostupné z: <https://www.cmi.cz/node/537>
- [32] SKOPAL, Miroslav Jan a Alois FIALA. *Metrologie v praxi: Metrologická návaznost, kalibrace a ověření kalibrace*, 33-37. Dostupné také z: http://www.mzds.cz/P21_T&C.pdf.pdf
- [33] CARMIGNATO, S, D DREOSSI, L MANCINI, F MARINELLO, G TROMBA a E SAVIO. Testing of x-ray microtomography systems using a traceable geometrical standard. *Measurement Science and Technology*. 2009, **20**(8). DOI: 10.1088/0957-0233/20/8/084021. ISSN 0957-0233. 0233/20/i=8/a=084021?key=crossref.bb142c8c74ff6192eb4dc6047ebd1615
- [34] BARTSCHER, M., U. HILPERT, J. GOEBBELS a G. WEIDEMANN. Enhancement and Proof of Accuracy of Industrial Computed Tomography (CT) Measurements. *CIRP Annals*. 2007, **56**(1), 495-498. DOI: 10.1016/j.cirp.2007.05.118. ISSN 00078506. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0007850607001199>
- [35] ČSN EN ISO 10360-2: *Geometrické požadavky na výrobky (GPS) - Přejímací a periodické zkoušky souřadnicových měřicích strojů (CMM) - Část 2: Souřadnicové měřicí stroje používané pro měření lineárních rozměrů*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2010.
- [36] ČSN EN ISO 10360-8: *Geometrické požadavky na výrobky (GPS) - Přejímací a periodické zkoušky souřadnicových měřicích systémů (CMS) - Část 8: Souřadnicové měřicí stroje s optickými snímači vzdálenosti*. *Normy.biz* [online]. [cit. 2019-04-30]. Dostupné z: <https://shop.normy.biz/detail/96000>
- [37] Nová definice základních jednotek SI. *Český metrologický institut* [online]. 2018 [cit. 2019-04-29]. Dostupné z: https://www.cmi.cz/redefinice_SI
- [38] BLAŽEK, Pavel, Jan ŠRÁMEK, Tomáš ZIKMUND, Dominika KALASOVÁ, Václav HORTVÍK, Petr KLAPETEK a Jozef KAISER. Voxel size and calibration for CT measurements with a small field of view. *NDT* [online]. 9th Conference on Industrial Computed Tomography, Padova, Italy (iCT 2019), 2019 [cit. 2019-05-01]. Dostupné z: <https://www.ndt.net/search/docs.php3?showForm=off&id=23714>
- [39] Ball plate, 12 X 16, precise steel balls. *Bal-tec* [online]. [cit. 2019-05-06]. Dostupné z: https://www.precisionballs.com/catalog/product_info.php?cPath=22&products_id=3
- [40] Artifacts and accessories. *MDM metrosoft* [online]. [cit. 2019-05-08]. Dostupné z: <http://www.mdmmetrosoft.com/products/?lang=en>
- [41] Stav. krouz. DIN2250C 175,0 mm HP 0656387. *Tool Zone* [online]. [cit. 2019-05-09]. Dostupné z: <https://www.toolzone.cz/produkt/merici-technika/merky/otvorove/stav-krouz-din2250c-175-0-mm-hp-25932.htm>

- [42] Materiály doteků. *Renishaw apply innovation* [online]. [cit. 2019-05-09]. Dostupné z: <https://www.renishaw.cz/cs/materialy-doteku--6423>
- [43] RŮŽIČKA, Milan. *METODY RŮSTU KRYSTALŮ*. Bratislava: Chemickotechnologická fakulta STU, 2000. Dostupné také z: https://csacg.fzu.cz/func/viewpdf.php?file=2000_1Ruzicka.pdf
- [44] 3D tiskárna original prusa I3 MK3S. *Prusa research by Josef Prusa* [online]. [cit. 2019-05-10]. Dostupné z: <https://www.prusa3d.cz/original-prusa-i3-mk3/>
- [45] BLAŽEK, Pavel. *Stanovení nejistoty měření průměru děr ocelových součástí pomocí rentgenové počítačové tomografie*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2018.
- [46] ČSN EN ISO 10360-5: *Geometrické požadavky na výrobky (GPS) - Přejímací a periodické zkoušky souřadnicových měřicích strojů (CMM) - Část 5: Souřadnicové měřicí stroje používající snímací systém s jednotlivým a složeným snímacím dotekem*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2011.
- [47] Nanopositioning and Nanomeasuring Machine: NMM-1. *SIOS Meßtechnik*. GERMANY, 2014. Dostupné také z: http://www.sios-de.com/wp-content/uploads/2016/02/NMM-1_e_2014.pdf

12 SEZNAM TABULEK, OBRÁZKŮ, ZKRATEK

12.1 Seznam tabulek

TAB 1) NMS ČR JE SPOJEN S AKREDITACÍ A TECHNICKOU NORMALIZACÍ [8].....	24
TAB 2) PŘÍKLADY ETALONŮ DÉLKY V MIKRO A NANOMETROLOGII [14] [15].....	25
TAB 3) VSTUPNÍ PARAMETRY CT MĚŘENÍ [38]	50
TAB 4) VÝLEDNÉ HODNOTY MĚŘENÍ VZDÁLENOSTI DVOU STŘEDŮ RUBÍNOVÝCH KULIČEK PŘÍSTROJEM RIGAKU NANO3DX [38]	51
TAB 5) VÝLEDKY MĚŘENÍ PŘÍSTROJI RIGAKU A SIOS [38]	51
TAB 6) VÝLEDNÉ HODNOTY MĚŘENÍ RUBÍNOVÝCH KULIČEK O PRŮMĚRU 1 MM 2 MM NA ČMI BRNO	53
TAB 7) VSTUPNÍ PARAMETRY CT MĚŘENÍ PRŮMĚRU KULIČKY 1 MM, ZORNÉ POLE 1,4 X 1,8 MM [38].....	54
TAB 8) VÝLEDNÉ HODNOTY MĚŘENÍ RUBÍNOVÉ KULIČKY O PRŮMĚRU 1 MM PŘÍSTROJEM RIGAKU NANO3DX [38]	54
TAB 9) VÝLEDKY MĚŘENÍ PŘÍSTROJI RIGAKU A SIOS [38]	55
TAB 10) VÝLEDKY MĚŘENÍ ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE 0,7 × 0,9 MM [38] 57	
TAB 11) VÝLEDKY MĚŘENÍ ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE 5,6 × 7,2 MM [38] 57	

12.2 Seznam obrázků

OBR. 1) PARAMETRY XCT PŘÍSTROJŮ V AKREDITOVANÉM REŽIMU ZKUŠEBNÍ LABORATOŘE CEITEC BRNO [2]	17
OBR. 2) MĚŘICÍ PŘÍSTROJE RIGAKU NANO3DX (NANO-CT) A SIOS NMM-1 (NANO-CMM) [2]	18
OBR. 3) ETALON DÉLKY PRO MIKRO-CT STANICE GE [3]	19
OBR. 4) ŘETĚZEC METROLOGICKÉ NÁVAZNOSTI [6].....	22
OBR. 5) PŘESNOST A PRECIZNOST MĚŘENÍ [7]	22
OBR. 6) STRUKTURA NMS ČR [8]	23
OBR. 7) PRŮBĚH DOSAŽENÉ PŘESNOSTI OBRÁBĚNÍ OD R. 1940 DO R. 2000 [12] 24	
OBR. 8) PRINCIP MĚŘENÍ – LÉKAŘSKÉ CT (A) A PRŮMYSLOVÉ CT (B) [2][18] [19][20]	27
OBR. 9) VOXEL [21]	27
OBR. 10) PŘÍKLAD REKONSTRUKCE ŘEZU [14]	28

OBR. 11) RIGAKU NANO 3DX (VLEVO), SNÍMEK LISTU POKOJOVÉ KVĚTINY – OPTIMALIZACE KONTRASTU V KRÁTKÉM ČASE (60 SEKUND) PATŘÍ K NEJVÝZNAMNĚJŠÍM VLASTNOSTEM RIGAKU NANO3DX (VPRAVO) [23][24]	29
OBR. 12) DETAILS VZORKU, KTERÝ JE UMÍSTĚNÝ V TĚSNÉ BLÍZKOSTI PŘED DETEKTOREM [23][25]	30
OBR. 13) DŮSLEDEK TEPELNÉHO DRIFTU – NANO3DX (VLEVO), BĚŽNÉ MIKRO-CT (VPRAVO) [24]	30
OBR. 14) SIOS NMM-1 JE NA ČMI UMÍSTĚN V PODZEMÍ NA ANTIVIBRAČNÍCH PODLOŽKÁCH	31
OBR. 15) TYPY SNÍMACÍCH SYSTÉMŮ PRO SIOS NMM-1 [26]	31
OBR. 16) MĚŘENÍ KULOVITÉHO POVRCHU [26]	32
OBR. 17) SCHÉMA ROZMÍSTĚNÍ, NASTAVENÍ A FUNKCE LASEROVÝCH INTERFEROMETRŮ MĚŘICÍHO SYSTÉMU SIOS NMM-1 [26]	33
OBR. 18) ISHIKAWŮV DIAGRAM PRO MĚŘENÍ CT PŘÍSTROJI [28]	34
OBR. 19) ISHIKAWŮV DIAGRAM PRO MĚŘENÍ CMM STROJI [29]	34
OBR. 20) PŘÍKLADY NĚKTERÝCH ARTEFAKTŮ DLE ČSN EN ISO 10360-2:2010: A) BALL PLATE [39], B) HOLE PLATE [14], C) BALL BAR [3], D) HOLE BAR [40], E) MULTI BALL BALL BAR [14], F) KALIBRAČNÍ KROUŽEK [41]	39
OBR. 21) A) RUBÍN, B) NITRID KŘEMÍKU, C) ZIRKON [42]	42
OBR. 22) NÁVRH ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE 0,7 × 0,9 MM PŘÍSTROJE RIGAKU NANO3DX	42
OBR. 23) 3D MODEL ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE 0,7 × 0,9 MM (A) DLE POŽADOVANÝCH ROZMĚRŮ RUBÍNOVÝCH KULÍČEK (B)	43
OBR. 24) SNÍMEK REÁLNÉHO ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE 0,7 × 0,9 MM 43	
OBR. 25) PRVNÍ NÁVRH ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE 5,6 × 7,2 MM PŘÍSTROJE RIGAKU NANO3DX, KDE X REPREZENTUJE KALIBROVANOU ZKUŠEBNÍ DÉLKU	44
OBR. 26) DRUHÝ NÁVRH ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE 5,6 × 7,2 MM PŘÍSTROJE RIGAKU NANO3DX, KDE X REPREZENTUJE KALIBROVANOU ZKUŠEBNÍ DÉLKU	44
OBR. 27) 3D MODEL PRVNÍHO NÁVRHU ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE 5,6 × 7,2 MM PŘÍSTROJE RIGAKU NANO3DX (A) A JEHO ROZMĚRY (B) 45	
OBR. 28) 3D MODEL DRUHÉHO NÁVRHU ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE 5,6 × 7,2 MM PŘÍSTROJE RIGAKU NANO3DX (A) A JEHO ROZMĚRY (B) 45	
OBR. 29) 3D TISKÁRNĚ ORIGINAL PRUSA I3 MK3S [44]	46
OBR. 30) 3D TISK PROTOTYPU ARTEFAKTŮ PRO ZORNÉ POLE 5,6 × 7,2 MM PŘÍSTROJE RIGAKU NANO3DX	46

OBR. 31) 3D MODELY NÁVRHŮ ARTEFAKTŮ, KDE DÉLKA A , B , C REPREZENTUJE KALIBROVANOU ZKUŠEBNÍ DÉLKU REÁLNÉHO ARTEFAKTU.....	47
OBR. 32) BODY DOTYKU [46].....	49
OBR. 33) SIOS NMM-1 – MĚŘENÍ ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE $0,7 \times 0,9$ MM DOTYKOVOU SONDOU O PRŮMĚRU $0,12$ MM.....	50
OBR. 34) RIGAKU NANO3DX – 3D RENDR RUBÍNOVÝCH KULIČEK (A), TOMOGRAFICKÝ ŘEZ (B) [38]	51
OBR. 35) PROTOTYP PRVNÍHO NÁVRHU ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE $5,6 \times 7,2$ MM S KULIČKOU O PRŮMĚRU 2 MM (VLEVO) A JEHO UPEVNĚNÍ NA PŘÍPRAVEK (VPRAVO).....	52
OBR. 36) OVĚŘOVÁNÍ ROZMĚROVÉ KOMPATIBILITY PROTOTYPU ARTEFAKTU PRO ZORNÉ POLE $5,6 \times 7,2$ MM PŘÍSTROJE RIGAKU NANO3DX	53
OBR. 37) SIOS NMM-1 – OVĚŘOVACÍ MĚŘENÍ PRŮMĚRU RUBÍNOVÝCH KULIČEK.....	54
OBR. 38) VYBRANÝ NÁVRH VHODNÉHO ARTEFAKTU PRO KALIBRACI NEJVĚTŠÍHO ZORNÉHO POLE PŘÍSTROJE RIGAKU NANO3DX (ZELENĚ).....	58
OBR. 39) RIGAKU NANO3DX [2].....	71
OBR. 40) SIOS NMM-1.....	72
OBR. 41) GE PHENIX V TOME X L240 [2]	73
OBR. 42) GE PHOENIX V TOME X M300 [2].....	74

12.3 Seznam zkratek

Zkratka	Význam
2D	Dvourozměrný
3D	Trojrozměrný
BIPM	Bureau international des poids et mesures – Mezinárodní úřad pro míry a váhy
CCD	Charge-coupled device – Zařízení se zdvojeným nábojem (elektronická součást sloužící pro snímání obrazové informace)
CEITEC	Central European Institute of Technology – Středoevropský technologický institut
CEN	Comité Européen de Normalisation – Evropský výbor pro normalizaci
CENELEC	Comité Européen de Normalisation Électrotechnique – Evropský výbor pro normalizaci v elektrotechnice
CMM	Coordinate measuring machine – souřadnicový měřicí stroj
CT	Computed Tomography – Počítačová (výpočetní) tomografie

ČIA	Český institut pro akreditaci
ČMI	Český metrologický institut
ČOI	Česká obchodní inspekce
ČSN	Česká technická norma
EA	European Cooperation for Accreditation – Evropská spolupráce v akreditaci
EN	Evropská norma
EURAMET	European Association of National Metrology Institutes – Evropské sdružení národních metrologických institutů
GPS	Geometrical product specifications – Geometrické požadavky na výrobky
ILAC/IAF	ILAC – International Laboratory Accreditation Cooperation – Mezinárodní spolupráce v oblasti akreditace laboratoří IAF – International Accreditation Forum – Mezinárodní akreditační forum)
ISO/IEC	ISO – International Organization for Standardization – Mezinárodní organizace pro normalizaci IEC – International Electrotechnical Commission – Mezinárodní elektrotechnická komise
LPM Praha	Laboratoře primární metrologie Praha (ČMI)
mikro-CT	Mikrotomografická stanice
MPO	Ministerstvo průmyslu a obchodu
nano-CMM	Souřadnicový měřicí stroj pro nanometrologii
nano-CT	Nanotomografická stanice
NMM	Nanopositioning and Nanomeasuring machine – stroj s nano-pozicováním a nano-měřením
OIML	International Organization of Legal Metrology – Mezinárodní organizace pro zákonnou metrologii
ÚNMZ	Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví
VUT	Vysoké učení technické v Brně
WELMEC	European Cooperation in Legal Metrology – Evropská spolupráce v legální metrologii
XCT	X-ray computed tomography – rentgenová počítačová (výpočetní) tomografie

13 SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1 – Technické parametry měřicích přístrojů

Příloha 2 – Výkresy návrhů etalonů pro 3D tisk

PŘÍLOHA 1 – TECHNICKÉ PARAMETRY MĚŘICÍCH PŘÍSTROJŮ

RIGAKU nano3DX [2]

Základní technické parametry:

- 5-osý automatický manipulační stolek na vzorky,
- přesnost osy rotace stolku $<0,5 \mu\text{m}$,
- detektor X-ray CCD kamera speciálně upravená na rentgenové záření,
- dynamický rozsah: 16 bitů,
- počet pixelů: 3300×2500 ,
- rozměr voxelu: $0,27 \mu\text{m}$, $0,54 \mu\text{m}$, $1,08 \mu\text{m}$, $2,16 \mu\text{m}$,
- zorné pole: $0,7 \times 0,9 \text{ mm}$; $1,4 \times 1,8 \text{ mm}$; $2,8 \times 3,6 \text{ mm}$; $5,6 \times 7,2 \text{ mm}$,
- rotační terč Cr, Cu, Mo,
- napětí RTG trubice: 20 – 50 kV,
- proud RTG trubice: až do 30 mA.

Analýza dat:

- kvantitativní analytický software 3D snímků nano3DCalc,
- kvantitativní měření (objemu, povrchové plochy, směru a pozice těžiště)

zobrazovací software 3D snímků INTAGE Realia Professional.



Obr. 39) Rigaku nano3DX [2]

SIOS NMM-1 [47]

Základní technické parametry:

- měřicí rozsah: 25 mm x 25 mm x 5 mm,
- rozlišení: 0,1 nm,
- rozměry (výška x šířka x hloubka):
 - NMM-1: 340 mm × 420 mm × 420 mm,
 - řídicí jednotka: 700 mm × 553 mm × 600 mm,
- hmotnost:
 - NMM-1: 95 kg
 - řídicí jednotka: 75 g



Obr. 40) SIOS NMM-1

GE phoenix v|tome|x L240 [2]

Základní parametry:

- 7-osý manipulační systém na masivním žulovém bloku,
- detektor: flat panel dynamic 41|100: 4000 x 4000 px, velikost pixelu 100 μm ,
- klimatizovaný ochranný kabinet,
- klastr složený ze 4 GPU – pro rychlejší rekonstrukci 3D CT dat,
- 240 kV / 320 W mikrofokus RTG trubice,
- 180 kV / 15 W nanofokus RTG trubice.

Limity přístroje:

- maximální velikost vzorku – $\text{Ø}500 \times 800 \text{ mm}$ (rozhodující je velikost opsaného válce),
- maximální hmotnost 50 kg,
- $< 2 \mu\text{m}$ (rozměru voxelu) pro 240 kV tubici, do $1 \mu\text{m}$ (180 kV tubici).



Obr. 41) GE phoenix v|tome|x L240 [2]

GE phoenix v|tome|x M300 [2]

Základní parametry:

- 5-osý manipulační systém na masivním žulovém bloku,
- plochý digitální detektor GE“DXR” s unikátním kontrastním rozlišením a dynamikou 1:10000 (zvýraznění kontrastu),
- klastr složený ze 4 GPU – pro rychlejší rekonstrukci 3D CT dat,
- 300kV/500W mikrofokus RTG trubice.

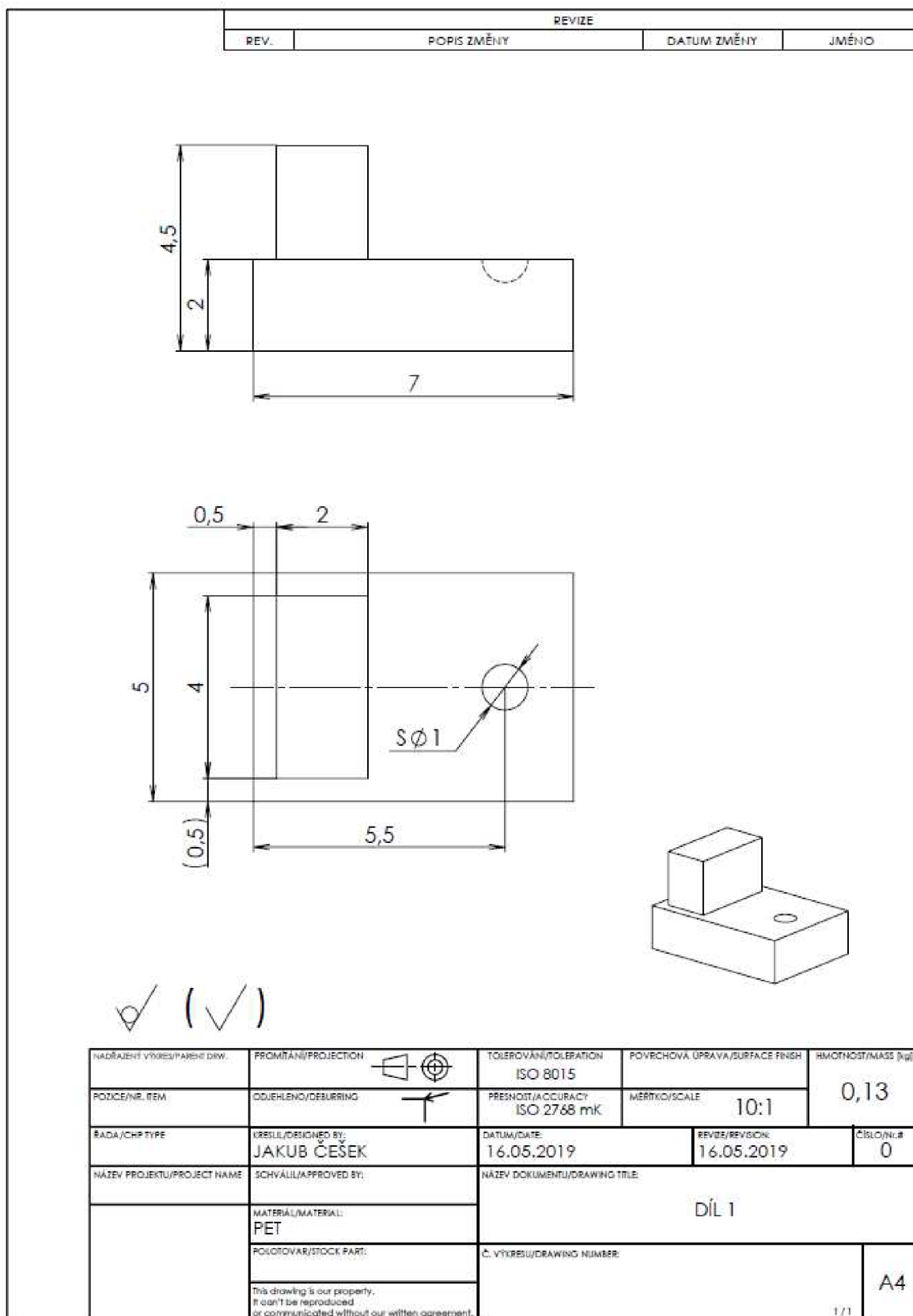
Limity přístroje:

- maximální velikost vzorku : 360 mm x 600 mm (rozhodující je velikost opsaného válce),
- hmotnost 50 kg,
- minimální rozměr voxelu 1 μm .

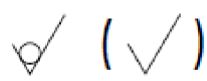
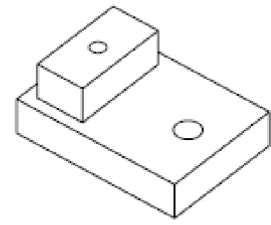
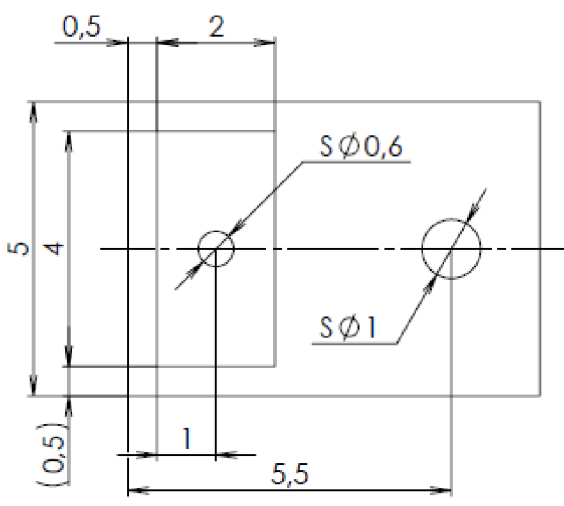
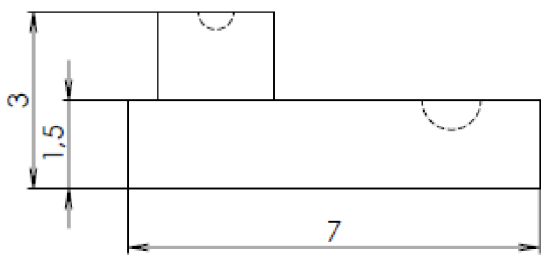


Obr. 42) GE phoenix v|tome|x M300 [2]

PŘÍLOHA 2 – VÝKRESY NÁVRHŮ ETALONŮ PRO 3D TISK



REVIZE			
REV.	POPIS ZMĚNY	DATUM ZMĚNY	JMÉNO



NADRAŽENÝ VÝKRES/PARENT DRW.	PROMĚTÁNÍ/PROJECTION	TOLEROVÁNÍ/TOLERATION ISO 8015	POVRCHOVÁ ÚPRAVA/SURFACE FINISH	HMOTNOST/MASS [g]
POZICE/NR. ITEM	ODJELENO/DEBURRING	PŘESNOST/ACCURACY ISO 2768 mK	MĚŘÍTKO/SCALE 10:1	0,09
ŘADA/CHP TYPE	KRESLIL/DESIGNED BY: JAKUB ČEŠEK	DATUM/DATE: 16.05.2019	REVIZE/REVISION: 16.05.2019	ČÍSLO/Nr.# 0
NÁZEV PROJEKTU/PROJECT NAME	SCHVÁLIL/APPROVED BY:	NÁZEV DOKUMENTU/DRAWING TITLE: DÍL 2		
	MATERIÁL/MATERIAL: PET	Č. VÝKRESU/DRAWING NUMBER:		
	POLOTOVAR/STOCK PART:			
	This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.	A4		