



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 NANO- CT MĚŘICÍ PŘÍSTROJ

DESIGN OF A SUITABLE LENGTH STANDARD FOR NANP-CT MEASURING DEVICE

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Martin Kožiol

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jan Šrámek, Ph.D.

BRNO 2020

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav výrobních strojů, systémů a robotiky
Student:	Bc. Martin Kožiol
Studijní program:	Strojní inženýrství
Studijní obor:	Kvalita, spolehlivost a bezpečnost
Vedoucí práce:	Ing. Jan Šrámek, Ph.D.
Akademický rok:	2019/20

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 nano-CT měřicí přístroj

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 přístroje nano-CT Rigaku. Jedná se o přístroj, který se využívá pro přesná délková měření v oblasti nanometrologie.

Cíle diplomové práce:

Popis současného stavu v oblasti XCT měřicí techniky.

Popis přístroje a jeho funkce.

Návrh variant hmotného etalonu.

Popis výroby hmotného etalonu a jeho odzkoušení.

Zajištění kalibrace hmotného etalonu.

Stanovení nejistoty měření hmotného etalonu.

Vyhodnocení dosažených výsledků.

Závěr a doporučení pro praxi.

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 s. Třídící znak 83031.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2019/20

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 tří etalonů délky, které poslouží pro zajištění metrologické návaznosti mezi přístroji Rigaku nano3DX, SIOS NMM-1, Zeiss UPMC Carat 850 a dalšími přístroji umístěnými na ÚVSSR VUT a CEITEC Brno. První část je zaměřena na teoretické seznámení se s pojmy úzce souvisejícími s problematikou zajišťování metrologické návaznosti. Kromě toho se tato část zabývá výpočetní tomografií a popisem jednotlivých přístrojů. V druhé části jsou řešeny návrhy, postup výroby a odzkoušení jednotlivých etalonů. Poslední část je věnována popisu zajištění kalibrace nejmenšího etalonu, tzv. Nano etalonu a výpočtu nejistoty měření jeho kalibrované délky. Ke konci práce jsou výstupy těchto činností zhodnoceny.

ABSTRACT

The diploma thesis deals with the design of three length standards, which will serve to ensure metrological traceability between Rigaku nano3DX, SIOS NMM-1, Zeiss UPMC Carat 850 and other devices located at ÚVSSR BUT and CEITEC Brno. The first part of the thesis focuses on the theoretical acquaintance with concepts closely related to the issue of ensuring metrological traceability. In addition, this section deals with computed tomography and the description of individual devices. The second part of the thesis is devoted to design, production process and testing of individual standards. The last part describes the ensuring the calibration of the smallest standard, the so-called Nano standard and the calculation of the uncertainty of measuring its calibrated length. At the end of the thesis, the outputs of these activities are evaluated.

KLÍČOVÁ SLOVA

Nano etalon, nanometrologie, metrologická návaznost, akreditace, rentgenová výpočetní tomografie, nano-CT, Rigaku nano3DX, nano-CMM, SIOS NMM-1, CMM, Zeiss UPMC Carat 850, Airyho body, substituční metoda výpočtu nejistoty měření.

KEYWORDS

Nano standard, nanometrology, metrological traceability, accreditation, X-ray computed tomography, nano-CT, Rigaku nano3DX, nano-CMM, SIOS NMM-1, CMM, Zeiss UPMC Carat 850, Airy points, substitution method for calculating measurement uncertainty.

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

Kožiol, M. *Návrh vhodného etalonu délky pro nano-CT měřicí přístroj*, Brno, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. 2020, 75 s., Vedoucí diplomové práce Ing. Jan Šrámek, Ph.D.

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji svému vedoucímu panu Ing. Janu Šrámkovi, Ph.D. za vstřícný přístup a cenné rady, které mi v průběhu vypracování mé práce poskytl. Zároveň bych chtěl poděkovat všem, kteří přispěli dodatečnými radami a připomínkami.

ČESTNÉ PROHLÁŠ ENÍ

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

V Brně dne 26. 6. 2020

.....

Bc. Kožiol Martin

OBSAH

1	ÚVOD	15
2	MOTIVACE	17
3	VÝKLAD ZÁKLADNÍCH POJMŮ	19
3.1	Metrologie.....	19
3.2	Národní metrologický systém.....	21
3.2.1	Akreditace a akreditační systém ČR.....	22
3.2.2	Mezinárodní spolupráce	23
3.3	Nanometrologie a nanotechnologie	24
3.3.1	Podmínky měření.....	24
3.4	Rentgenová výpočetní tomografie	24
3.4.1	Vývoj výpočetní tomografie	25
3.4.2	Základní odlišnosti průmyslových tomografů.....	26
4	POPIS SOUČASNÉHO STAVU A PROBLEMATIKY V OBLASTI XCT MĚŘÍCÍ TECHNIKY	27
4.1	Vymezení problému.....	27
4.1.1	Výchozí závěrečné práce	28
4.1.2	Účel závěrečné práce	29
5	POPIS MĚŘÍCÍ TECHNIKY LABORATOŘÍ CEITEC A ČMI BRNO	31
5.1	Rigaku nano3DX	31
5.2	SIOS NMM-1	32
5.2.1	Porovnání měřících zařízení SIOS NMM-1 s Rigaku nano3DX	34
5.3	Zeiss UPMC Carat 850	35
6	NÁVRH VARIANT, VÝROBA A ODZKOUŠENÍ HMOTNÝCH ETALONŮ	37
6.1	Nano etalon	39
6.1.1	Původní návrh etalonu pro zorné pole (0,7 × 0,9) mm.....	39
6.1.2	Výroba a odzkoušení původního etalonu pro zorné pole (0,7 × 0,9) mm	40
6.1.3	Návrh Nano etalonu.....	41
6.1.4	Výroba a odzkoušení Nano etalonu.....	41
6.2	Mikro etalon.....	42
	Návrh Mikro etalonu pro přístroj SIOS NMM-1	43
6.2.1	Funkční vzorek Mikro etalonu	43
6.2.2	Výroba a odzkoušení funkčního vzorku Mikro etalonu	44
6.3	Maxi etalon	45
6.3.1	Návrh Maxi etalonu	46
6.3.2	Výroba a odzkoušení Maxi etalonu	48
7	ZAJIŠTĚNÍ KALIBRACE NANO ETALONU	49
7.1	Volba metody měření na přístroji SIOS NMM-1	49
7.1.1	Substituční metoda	49
7.1.2	Podmínky měření na nano-CMM dle substituční metody	50
7.2	Nastavení přístroje SIOS NMM-1	50
7.3	Měření na přístroji SIOS NMM-1	51
7.3.1	Měření referenční kuličky o průměru 2 mm.....	52
7.3.2	Měření Nano etalonu	53
7.3.3	Výsledky měření.....	53

7.4	Měření na přístroji Rigaku nano3DX	54
8	STANOVENÍ NEJISTOTY MĚŘENÍ NANO ETALONU	55
8.1	Výpočet nejistoty měření rozteče kuliček Nano etalonu substituční metodou... 55	55
8.1.1	Standartní nejistota typu A	55
8.1.2	Vliv kalibrace použitého etalonu.....	56
8.1.3	Vliv rozlišovací schopnosti daného přístroje	57
8.1.4	Vliv rozdílu teplot etalonu a kalibrovaného předmětu.....	57
8.1.5	Vliv odchylky teploty od 20 °C.....	57
8.1.6	Výpočet nejistoty měření Nano etalonu pomocí substituční metody.....	58
8.2	Diskuze ke konečnému výsledku	58
9	VYHODNOCENÍ DOSAŽENÝCH VÝSLEDKŮ	61
10	ZÁVĚR.....	63
11	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	65
12	SEZNAM ZKRATEK, SYMBOLŮ, OBRÁZKŮ A TABULEK.....	69
12.1	Seznam tabulek.....	69
12.2	Seznam obrázků.....	69
12.3	Seznam grafů	70
12.4	Seznam zkratk.....	70
12.5	Seznam symbolů.....	71
13	SEZNAM PŘÍLOH.....	75

1 ÚVOD

V průběhu naší historie dochází k neustálému zdokonalování vědních disciplín, které pomáhají lidskou civilizaci technologicky posouvat novými směry. Jedním z těchto oborů je také metrologie, kterou se lidstvo zabývalo již před stanovením křesťanského letopočtu. Metrologii lze volně definovat jako vědu o měření, která funguje jako jeden z mnoha můstků propojující ostatní obory.

Než se globalizovaly určité standardy, v každé zeměpisné oblasti fungoval jiný systém jednotek. Co měly ovšem vyspělé civilizace typu Starověkého Egypta nebo Mezopotámie už promyšlené, byl systém návaznosti měřidel pomocí etalonů. Jako příklad může posloužit délka faraonovy ruky končící u lokte vytesaná do žulového kamene, která byla následně přenášena pomocí dřevěných tyčí přímo k jádru vzniku jednoho ze starých sedmi divů světa [1].

Když se skokem přesuneme od lokte po nanometry, zjistíme, že díky zdokonalení principů metrologie byly již dávno vystavěny nové divy světa a úsilí bylo převážně přesunuto do nano měřítka. Ve 20. století tedy vznikl nový podobor metrologie, a to nanometrologie. Díky možnosti měřit věci s přesností na jednu miliardtinu délky je možné vytvářet v rámci nanotechnologie produkty s minimální velikostí a znatelně vyšší efektivitou, než je tomu u standartních výrobků. Ovšem se sotisfikovanějšími měřicími přístroji přichází i komplikovanější otázka v podobě etalonů a zachování návaznosti jednotlivých měřidel v rámci akreditovaného systému.

Tato závěrečná práce se primárně zabývá návrhem vhodného etalonu délky pro nano-CT měřicí přístroj se schopností tvořit 3D snímky vzorků s vysokým prostorovým rozlišením, konkrétně se jedná o Rigaku nano3DX. Tento měřicí přístroj se nachází v laboratořích CEITEC Brno, která se specializuje na výzkum v oblasti rentgenové mikro a nano tomografie. Vytvořený etalon délky bude zajišťovat metrologickou návaznost mezi Rigaku nano3DX a souřadnicovým měřicím přístrojem SIOS NMM-1, který je umístěn na oddělení primární metrologie v ČMI Brno. A právě kalibrační laboratoře primární nanometrologie v tomto oddělení se zabývají akreditováním kalibrace měřicích zařízení, neb pracovníci těchto laboratoří mají přístup k přístrojům měřící hodnoty fyzikálních veličin ve velmi vysokém rozlišení, jakým je například výše zmíněný nano-CMM.

Sekundárním úkolem je vytvoření dalších dvou etalonů, přičemž první z nich zajistí návaznost přístrojů na ČMI Brno, konkrétně se jedná o přístroje SIOS NMM-1 a Zeiss UPMC Carat 850. Druhý poté poslouží pro zajištění metrologické návaznosti mezi Zeiss UPMC Carat 850 a příslušnými přístroji umístěnými na CEITEC Brno a ÚVSSR VUT.

Diplomová práce je rozdělena na tři imaginární části. V první jsou zsumírovány základní poznatky potřebné pro pochopení dané problematiky a v druhé jsou řešeny návrhy, výroba a užití samotných etalonů. Závěrečná část se soustřeďuje na zajištění kalibrace a stanovení nejistoty etalonu určeného pro kalibraci přístroje Rigaku nano3DX.

2 MOTIVACE

Hlavní motivací pro tvorbu této závěrečné práce je zkušební laboratoři rentgenově výpočtové mikro a nano tomografie CEITEC Brno umožnit provádět specifická akreditovaná měření v dané oblasti. Činnosti, které výsledku předcházejí, budou provedeny z důvodu absence norem pro průmyslové tomografy a nedostupnosti vhodného etalonu pro nano-CT na volném trhu.

Osobní motivací pro tvorbu této práce je jednoduše zvědavost a zainteresovanost v dané oblasti. Kvůli změně pracovní pozice jsem nebyl schopen si sjednat téma diplomové práce externě mimo školu. Vybíral jsem si tedy z nabídky, kterou nám poskytl náš ústav, ÚVSSR na FSI.

I přes zpoždění, které jsem při volení témat nabyt, na mě zbylo téma mi relativně blízké – Návrh vhodného etalonu délky pro nano-CT měřicí přístroj. Relativně z toho důvodu, že oblast nanometrologie byla pro mě před psaním této práce více méně neznámá. Se samotnou metrologií jako nástrojem pro řízení kvality jsem se ovšem v praxi již setkal, ať v rámci sériové výroby nebo výroby produktů na zakázku. V obou případech se metrologické postupy značně lišily, avšak tolerance nepřesností byla vždy v rozsahu tzv. stovek¹. Měřit objekty v tak malém měřítku, jako jsou nanometry, ve mně vyvolalo celou řadu otázek, na které jsem si po sepsání práce nakonec dokázal sám odpovědět.

¹ Stovka – tech. slang označující desetinu milimetru.

3 VÝKLAD ZÁKLADNÍCH POJMŮ

První kapitola je věnovaná pojmům souvisejícím s tématem zajišťování návaznosti nanotomografických stanic v rámci akreditačního systému České republiky. Pojmy níže uvedené vycházejí z oblasti metrologie, nanometrologie a rentgenové výpočetní tomografie.

3.1 Metrologie

V podkapitole určené převážně pro čtenáře mimo metrologického zaměření jsou definovány základní pojmy z oblasti metrologie zejména pomocí Mezinárodního metrologického slovníku a zákona o metrologii. Objasnění základních pojmů poslouží lepší orientaci v následujících kapitolách.

Etalon – v zákonu o metrologii § 3 je etalon měřící jednotky nebo stupnice definován jako měřidlo sloužící k realizaci a uchování dané jednotky nebo stupnice a také jejímu přenosu na měřidla nižší přesnosti. Uchováním etalonu se rozumí všechny úkony potřebné k zachování metrologických charakteristik etalonu ve stanovených mezích. Etalon je použitelný také jako reference ke stanovení naměřených hodnot veličin a přidružených nejistot měření pro jiné veličiny stejného druhu, na základě čehož se stanovuje metrologická návaznost prostřednictvím kalibrací jiných etalonů, měřidel nebo měřících systémů [2, 3].

Kalibrace – je činnost, která se provádí ve dvou krocích. V prvním kroku se za specifických podmínek stanoví vztah mezi hodnotami veličiny s nejistotami měření poskytnutými etalony a odpovídajícími indikacemi s přidruženými nejistotami měření. V druhém kroku se získané informace využijí ke stanovení vztahu pro získání výsledku měření z indikace. Kalibrace může být vyjádřena údajem, kalibrační tabulkou, kalibrační křivkou, kalibračním diagramem nebo kalibrační funkcí. V určitých případech je možné kalibraci vyjádřit násobkem či součtem korekcí indikace s přidruženou nejistotou měření. Kalibrace se nemá zaměřovat s justováním měřícího systému ani s ověřováním kalibrace. Jedná se o tři rozdílné pojmy [3].

Justování měřícího systému – je soubor činností provedených na měřícím systému způsobem, aby poskytoval předepsané indikace odpovídající daným hodnotám veličiny, která má být měřena. Kalibrace je pro justování měřícího systému bezpodmínečně nutná, obvykle se provádí před i po justování [3].

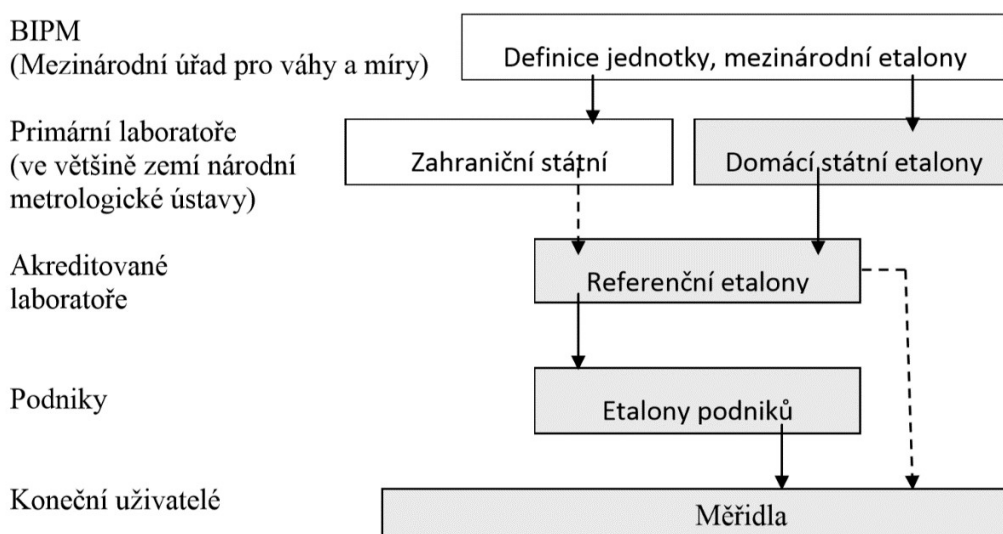
Ověření kalibrace – dle 3. edice Mezinárodního metrologického slovníku není tento pojem explicitně definován, ovšem souvisí s obecným pojmem ověřování. Cílem ověřování je zkoumání shody metrologických vlastností měřidel s úředně stanovenými požadavky, mezi které zejména patří maximální dovolené chyby [3, 4].

Metrologická návaznost – je vlastnost výsledku měření, pomocí níž může být výsledek vztažen ke stanovené referenci přes dokumentovaný řetězec kalibrací, z nichž každá se podílí svým příspěvkem na stanovené nejistotě měření. Referencí může být také praktická realizace definice jednotky měření, etalon nebo postup měření zahrnující jednotku měřené veličiny, která není řadovou veličinou. Metrologická návaznost vyžaduje zavedení tzv. hierarchie kalibrace. Nutno zmínit, že metrologická návaznost výsledku měření nezajišťuje, že nejistota měření je pro daný účel přiměřená [3].

Citlivost měřicího systému – je podíl změny indikace měřicího systému a odpovídající změny hodnoty veličiny, která je měřena. Citlivost měřicího systému může v některých případech záviset na hodnotě veličiny, která je měřena. Proto je stanovena podmínka, že změna této hodnoty veličiny musí být větší než samotné rozlišení [3].

Rozlišení – je definováno jako nejmenší změna měřené veličiny, která způsobí rozeznatelnou změnu v odpovídající indikaci. Kromě měřené hodnoty může rozlišení také záviset na příklad na šumu nebo tření. V případě zobrazovacího zařízení je rozlišení definováno jako nejmenší rozdíl mezi zobrazenými indikacemi, který může být prokazatelně rozlišen [3].

Řetězec metrologické návaznosti – jedná se o nepřerušovaný sled kalibrací a etalonů, který je použit ke vztažení výsledku měření k referenci, viz obr. 1. Řetězec je definován prostřednictvím hierarchie kalibrace [3].



Obr. 1: Řetězec metrologické návaznosti [5].

Hierarchie kalibrace – je sled kalibrací od reference ke konečnému měřicímu systému, viz obr. 2. Závěr každé kalibrace závisí na závěru kalibrace předchozí. Se zvyšujícím se počtem kalibrací se zvyšuje nejistota měření. Mezi prvky hierarchie se řadí jeden nebo více etalonů a měřících systémů používaných podle postupů měření [3].



Obr. 2: Hierarchie kalibrace [6].

Přesnost – je těsnost shody mezi naměřenou hodnotou veličiny a pravou hodnotou měřené veličiny [3].

Preciznost – je těsnost shody mezi indikacemi nebo naměřenými hodnotami veličiny získanými opakovaným měřením na stejných či podobných objektech za specifických podmínek [3].

Abbeho princip – spočívá v uspořádání měřícího přístroje způsobem, že osa měření přímo navazuje na měřítko přístroje, tj. měřený objekt i měřítko leží v jedné přímce. Pokud princip není dodržován, vznikají chyby prvního stupně způsobené úhlem natočení [7].

3.2 Národní metrologický systém

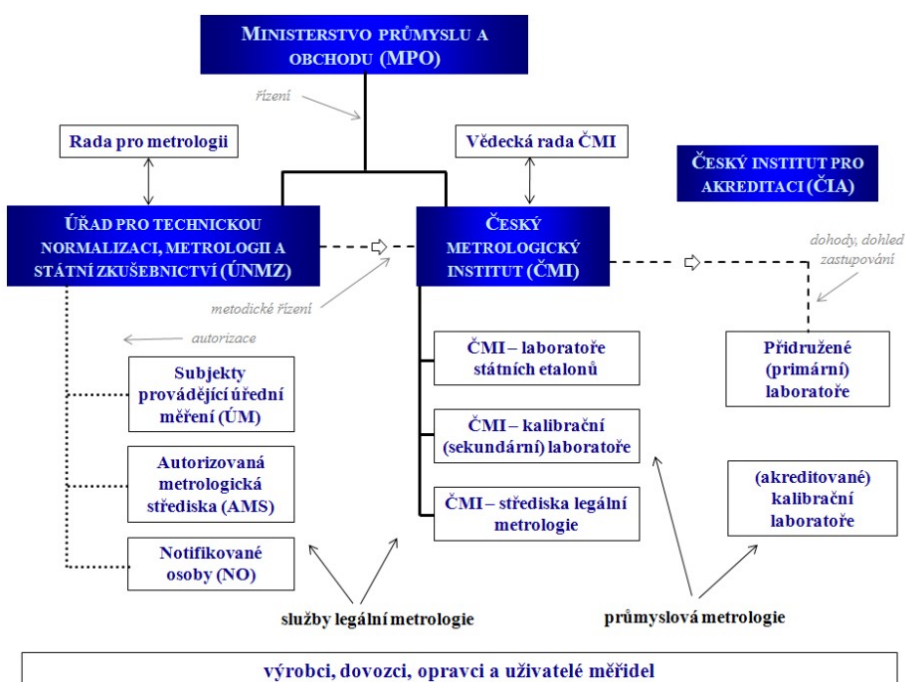
Cílem národního metrologického systému (dále NMS) je zabezpečování jednotnosti a přesnosti měřidel a měření ve státě. Celý systém je tvořen soustavou technických prostředků, zařízení a personálu v kooperaci s technickými a právními předpisy. Celý tento soubor vymezuje postavení a vzájemné vazby subjektů státní správy a právnických osob, jež mají činnosti související se zabezpečováním na starost, viz obr. 3. Působení NMS lze kategorizovat do tří základních oblastí [5]:

- **fundamentální metrologií** (FM), zabývající se:
 - vědou a výzkumem v metrologii,
 - soustavou jednotek a fyzikálních konstant,
 - uchováváním a rozvojem státních etalonů,
 - přenosem jednotek na nižší etalonážní řady,
- **legální metrologií** (LM), zabývající se:
 - zabezpečením přesnosti a jednotnosti měření podle platné právní úpravy (regulovaná sféra),
- **průmyslovou metrologií** (PM), zabývající se,
 - zabezpečením přesnosti a jednotnosti měření,
 - jakosti služeb a výroby v širokém spektru oborů (regulovaná sféra) [5].

V daných oblastech NMS ČR působí určité prvky, které lze jednoduše rozdělit na základní a aktivní. Základními prvky jsou myšleny spotřebitelé, obecně veřejnost, mezi kterou se taktéž řadí cizí státní příslušníci vyskytující se na území ČR. Dalším základním prvkem jsou podnikatelské subjekty. Jedná se o prvek zahrnující také subjekty provádějící montáž měřidel a subjekty s výstupy, které nemají charakter výrobků. Ostatní prvky nepatřící do výše zmíněné skupiny se zaměřují na zabezpečování služeb těchto prvků, kromě toho se podílejí na řízení NMS ČR a rozvoj metrologie a mezinárodní metrologické spolupráce. V tomto pomyslném souboru je zastoupen stát, jehož prvky aktivně působí v daném systému a tvoří druhou zmiňovanou skupinu. Do této skupiny patří [8]:

- **Ministerstvo průmyslu a obchodu** (MPO) – je ústřední orgán státní správy pro metrologii, státní zkušebnictví a technickou normalizaci, úkolem orgánu je ku příkladu:
 - zabezpečovat řízení státní politiky v oblasti metrologie,
 - vypracovávat návrhy pro rozvoj metrologie,
 - zajišťovat řízení ÚNMZ,
- **Český institut pro akreditaci** (ČIA) – je akreditační orgán sloužící pro posuzování odborné způsobilosti subjektů působících v metrologii, úkolem orgánu je na příklad:

- v souladu s evropskými normami zajišťovat akreditační systém v ČR,
- provádět akreditaci kalibračních a zkušebních laboratoří,
- udělovat, měnit nebo odmítat osvědčení o akreditaci,
- provádět posuzování žadatelů o akreditaci,
- **Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví (ÚNMZ)** – je orgán státní správy pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, úkolem orgánu je ku příkladu:
 - zastupovat ČR v mezinárodních metrologických organizacích,
 - pověřovat subjekty k uchování státních etalonů,
 - kontrolovat činnost ČMI,
 - stanovovat program státní metrologie a zabezpečovat jeho realizaci,
 - kontrolovat dodržování povinností, jež jsou stanoveny zákonem o metrologii,
- **Český metrologický institut (ČMI)** – plní funkci národního metrologického institutu, naplní funkce je na příklad:
 - uchovávání státních etalonů,
 - provádění metrologického výzkumu,
 - schvalování typu a ověřování stanovených měřidel,
 - vykonávání státního metrologického dozoru,
 - posuzování shody a zkoušení výrobků v požadovaném rozsahu [5, 8].



Obr. 3: Struktura NMS ČR² [8].

3.2.1 Akreditace a akreditační systém ČR

Naprostá většina subjektů, která poskytuje služby v rámci metrologie, neustále využívá akreditaci. V našem případě je tímto subjektem zkušební laboratoř počítačové mikro a nano tomografie CEITEC Brno ve spolupráci s kalibrační laboratoří primární nanotechnologie ČMI Brno [8].

² Ve schématu je ČIA v izolaci od ostatních prvků, tj. z důvodu lepší přehlednosti schématu.

Akreditace – dle § 14, § 15, § 16 zákona č. 22/1997, o technických požadavcích na výrobu, je definována jako osvědčení o splnění požadavků pro provádění konkrétní činnosti posuzování shody, které stanoví harmonizované normy nebo dokumenty, jež platí pro oblast posuzované shody [9].

Akreditační systém ČR – je soubor procesů, postupů a pravidel, na jejichž základě lze získat od příslušného autoritativního orgánu akreditaci. Systém podléhá nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 765/2008, ve kterém jsou stanoveny požadavky na akreditaci a dozor nad trhem. V ČR byl Ministerstvem průmyslu a obchodu a notifikace orgánem zvolen ČIA [10].

3.2.2 Mezinárodní spolupráce

Roku 1875 byla uzavřena zástupci sedmnácti vlád Metrická konvence (dále jen MK), smlouva s cílem vytvoření univerzální soustavy jednotek nutné pro rozvoj vědy, obchodu a výroby. Úprava konvence z roku 1921 v dnešní době stále tvoří základnu mezinárodního sjednocování měřících jednotek, vývoje etalonů a zajišťování jejich ekvivalence. Příkladem činnosti organizace je správa mezinárodního systému jednotek měření SI. Mimo jiné, na základě této smlouvy vznikly přidružené orgány typu [11]:

- Všeobecná konference pro váhy a míry (CGPM),
- Mezinárodní úřad pro váhy a míry (BIPM),
- Mezinárodní výbor pro váhy a míry (CIPM) [11].

ČR, jakožto jeden z nástupnických států Rakouska-Uherska³, odvozuje návaznost svých státních etalonů přímo od mezinárodních etalonů uchovávaných v BIPM již od počátku uzavření smlouvy [11].

Dalšími významnými mezinárodními organizacemi jsou:

- **Mezinárodní organizace pro legální metrologii (OIML)** – v rámci legální metrologie má za úkol podporovat globální harmonizaci předpisů, v podobnosti s MK se také dělí na dílčí orgány:
 - Mezinárodní konference pro legální metrologii (CGML),
 - Mezinárodní výbor pro legální metrologii (CIML),
 - Mezinárodní úřad pro legální metrologii (BIML) [12],
- **Evropská spolupráce v legální metrologii (WELMEC)** – vytváří vzájemnou důvěru mezi orgány legální metrologie v podobě výměny informací nebo harmonizace činností, dělí se na dva orgány se zástupci v každé členské zemi:
 - výbor – za ČR to je ÚNMZ,
 - pracovní skupina – za ČR to je ČMI [13],
- **Evropské sdružení národních metrologických institutů (EURAMET e. V.)** – sdružení se zabývá společnými projekty, výzkumem, mezilaboratorním porovnáním, vzájemnými konzultacemi a smlouvami zajišťující metrologickou návaznost napříč Evropou [14].

Díky zapojení ČR do mezinárodní spolupráce je NMS ČR srovnatelný a slučitelný se všemi systémy členů výše vyjmenovaných organizací [11].

³ Rakousko-Uhersko byla jedna ze 17 vlád podílejících se na podepsání první verze MK. K červenci 2014 čítá organizace již 54 členů a 41 přidružených států s organizací úzce spolupracujících [11].

3.3 Nanometrologie a nanotechnologie

Nanotechnologie – kvůli rozsáhlosti oboru neexistuje pro nanotechnologii všeobecně uznávaná definice. Uplatnění nalézá v optickém, sportovním nebo kosmetickém průmyslu. Nejambicióznější jsou ovšem oblasti farmacie, materiálů a elektroniky. V každém vyjmenovaném oboru se definice nanotechnologie, ať už v malých či velkých rozdílech, liší. Pro účely této práce se spokojíme s tvrzením, že nanotechnologie je interdisciplinární vědní oblast zabývající se studiem, výrobou a využitím technologií a materiálů v rozmezí nanometrů [15, 16].

Nanotechnologie patří mezi vědy posledních několika let, jejichž vývoj prudce roste, a to hlavně v relativně nově vzniklém oboru nanomateriálového inženýrství, ve kterém je nyní možné kombinovat v nano měřítku kdysi samostatně fungující druhy materiálů jakými jsou kov, keramika či polymery. Tyto změny mají za následek vylepšení stávajících mechanických, tepelných, elektrických, akustických, magnetických nebo optických vlastností, popř. vznik nového materiálu [16].

Termín nanotechnologie roku 1974 na mezinárodní konferenci vymezil japonský profesor Norio Taniguchi, ale vůbec poprvé se o konceptu nanotechnologie zmínil americký fyzik Richard Feynman v roce 1954. Tehdy uvedl, že bude možné vytvářet mechanizmy a materiály na úrovni odpovídající velikosti atomů, ale jen v případě, až bude dostupná odpovídající technika zajišťující manipulaci a měření těchto struktur [15, 16].

Nanometrologie – je vědeckotechnická disciplína, která se zabývá měřením fyzikálních veličin v mikro a nano měřítku. Mezi fyzikální veličiny, které jsou z pravidla v tomto měřítku měřeny s přesností a nejistotami většího rozsahu, patří na příklad termální, elektrické, magnetické či mechanické vlastnosti. Platí obecné pravidlo, že technologický pokrok může nastat pouze tehdy, pokud je jeho vývoj měřitelný. Z toho důvodu je nanometrologie neodmyslitelně spjata s nanotechnologií [5, 17].

3.3.1 Podmínky měření

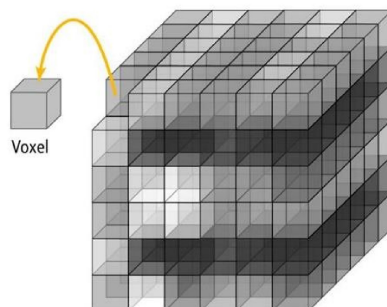
S přesnějším měřením se vyskytují i rizikovější faktory, které mají na celkové výsledky měření negativní vliv. V první řadě se jedná o faktory, které jsou závislé na prostředí, resp. místnosti, ve které se nachází měřící zařízení. Zejména prach, teplota, tlak, vlhkost a hluk. V druhé řadě se bere v potaz, jako u každého měření, lidský faktor. V tomto případě se ovšem, kromě správné manipulace s měřícím zařízením, klade důraz také na manipulaci a ochranu měřených vzorků. Univerzálním příkladem negativního faktoru je zvuk, konkrétně mechanické vlnění, které se nevyskytuje v ochranném prostředí. I pouhý lidský hlas dokáže u odkrytých částí přístroje rezonovat a tím způsobit chybné výsledky měření. Nejpresnějších výsledků lze dosáhnout dodržováním striktních pravidel a podmínek, díky kterým se rizika chybného měření ovlivněné výše zmíněnými faktory minimalizují. Nutné je dbát na samotné prostory s měřícím zařízením. Ty musí být uzavřené, bez přístupu slunečního světla a hodnotami vlhkosti a teploty pohybující se v přípustném intervalu [17].

3.4 Rentgenová výpočetní tomografie

Rentgenová výpočetní tomografie (dále jen XCT) – je metoda založená na nedestruktivním zobrazování vnějších a vnitřních struktur pomocí rentgenového záření. Zobrazování je umožněno tzv. tomografem, ve kterém se vytvářejí signály na základě absorpce měřeného

objektu a počítačově zpracovávají do podoby „plátků“, neboli řezů, které mohou být následně zrekonstruovány do 3D modelu [18, 19].

Principiálně, ze zdroje vychází rentgenové záření, které se po průchodu měřeným objektem detekuje na snímači. Záření je ovšem při průchodu tlumeno rozptylem a absorpcí. Tento útlum záření je závislý na chemickém složení materiálu, hustotě materiálu, energii samotného záření a vzdálenosti, kterou musí záření urazit při průchodu materiálem. Údaje zaznamenané snímačem nesoucí informaci o absorpci materiálu, taktéž nazývány jako hrubá data, jsou transformovány v data obrazová, jež tvoří obraz sestavený z matice bodů. Body matice jsou nazývány pixely a každý z nich je vykreslen v závislosti na absorpčních vlastnostech materiálu v určitém odstínu šedé barvy. Každý dvojrozměrný bod matice po vynásobení šířkou řezu prezentuje kvádr, neboli voxel (obr. 4), jehož rozměry vypovídají o maximálním dosažitelném rozlišení nasnímaného objektu. Jak již z textu vyplývá, voxely dohromady tvoří samotný řez. Ze stovek tisíc řezů, které vznikají nasnímáním měřeného objektu z více úhlů, lze poté sestavit 3D model [18, 20, 21].



Obr. 4: Voxel [20].

3.4.1 Vývoj výpočetní tomografie

Vývoj výpočetní tomografie (dále CT) je spjat především s medicínou, ve které metoda slouží k diagnostice různých chorob či úrazů. Na základě objevu rentgenových paprsků, o který se postaral roku 1895 Wilhelm Conrad Röntgen, dokázal britský vynálezce Godfrey Newbold Hounsfield roku 1979 zkonstruovat první verzi CT. Shodou náhod se to ve stejném roce povedlo také američanovi A. M. Cormackovi. Oba pánové obdrželi Nobelovu cenu, ovšem zásluhy jsou připisovány zejména prvnímu jmenovanému. Ukázkou moderního tomografu užívaného v medicíně lze spatřit na obr. 5 [22, 23].



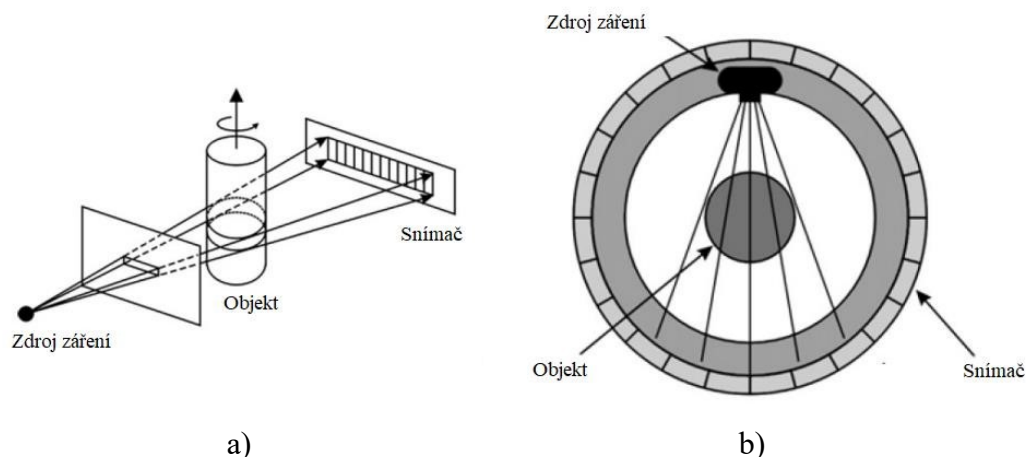
Obr. 5: Lékařský tomograf [23].

První aplikace CT v rámci nedestruktivního testování objektů ve strojírenském průmyslu se objevuje již v 80. letech minulého století, ovšem k širokému uplatnění dochází až koncem 90. let. Zařízení se začaly používat pro kontrolu obrobků. Vůbec poprvé bylo možné

nalézt vnitřní porozity, trhliny nebo vměstky bez toho, aniž by se narušila vnitřní struktura. Přesnost těchto zařízení vzhledem k velikosti měřených objektů byla ovšem na nedostatečné úrovni. Tento problém byl vyřešen s příchodem nové technologie, souřadnicového měření. První rentgenový výpočetní tomograf, schopný měřit komplexní komponenty za dobu kratší než 20 minut, byl uveden na trh roku 2005. Rozsah přesnosti se pohybuje od pár mikrometrů až po několik setin mikrometru [22, 23].

3.4.2 Základní odlišnosti průmyslových tomografů

Hlavním rozdílem mezi tzv. průmyslovými a lékařskými CT je konstrukce. U lékařského CT je objekt, nejčastěji pacient, ve stacionární poloze, zatímco kolem něj po trajektorii šroubovice obíhá zdroj záření se snímačem. Naopak u průmyslových CT je zdroj záření se snímačem stabilní a měřený objekt se točí kolem své osy, popř. se posouvá nahoru a dolů, viz obr. 6. Průmyslové CT mohou mít buď 1D lineární nebo 2D panelový snímač, a právě lineární snímač vyžaduje pohyb objektu navíc ve formě zmíněného posuvu. Ačkoli se objevují výjimky, rotační osa objektu je povětšinou vertikální. Posledním rozdílem u průmyslových CT je větší energetické působení na měřený objekt, které dosahuje hodnot až 15 MeV^4 . V porovnání průměrné hodnoty 150 keV , která je běžně využívána při vyšetření u lékařských CT, se jedná o rapidní energetický nárůst odůvodněný nutnou penetrací měřeného vzorku. Při nízkých hodnotách by mohlo dojít v závislosti na typu materiálu ke kompletní absorpci záření a neschopnosti snímače toto záření detekovat. Nutno dodat, že působení rentgenového záření o hodnotách v řádech MeV by mělo na lidský organizmus výrazný negativní vliv [22, 24, 25].



Obr. 6: Princip měření: a) průmyslového CT, b) lékařského CT [23].

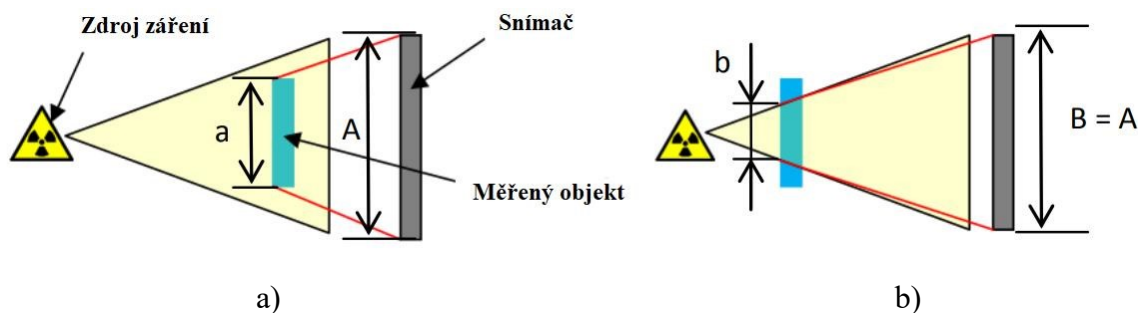
⁴ 1 MeV (megaelektronvolt) je roven $1,602 \cdot 10^{-13} \text{ J}$.

4 POPIS SOUČASNÉHO STAVU A PROBLEMATIKY V OBLASTI XCT MĚŘÍCÍ TECHNIKY

Za posledních 15 let, tedy od uvedení poslední generace průmyslových CT v roce 2005, se většina vývoje zaměřovala především na software, na příklad na metody související s pokročilejším vytvářením voxelových modelů. V současnosti se na trhu vyskytují tři typy průmyslových CT [26]:

- **nano-CT** – skenují objekty o velikosti pod 5 mm a s rozlišením pod 1 μm ,
- **mikro/makro-CT** – skenují objekty o velikosti pod 275 mm a s rozlišením pod 400 μm ,
- **vysokoenergetické CT** – skenují objekty o velikosti nad 275 mm a rozlišením nad 400 μm [26].

Rozlišovací schopnosti přístrojů jsou ovlivněné také polohou měřeného objektu vůči snímači a zdroji záření. Čím blíže je objekt ke zdroji, tím je možné získat detailnější výsledný obraz. Na druhé straně, vyzařovaný kužel nemusí v takové blízkosti vždy pokrýt velikost celého objektu, viz obr. 7 a) [27].



Obr. 7: Poloha měřeného objektu v blízkosti: a) snímače, b) zdroje [27].

Systémy jsou obecně limitovány především rozsahem měření a energetickou náročností. Výběr adekvátní tomografické stanice je závislý na velikosti měřeného objektu, jeho hustotě, geometrii a v neposlední řadě požadavcích zákazníka [26].

Všechny typy tomografických stanic nalézají uplatnění v mechanickém, materiálovém, elektrotechnickém a civilním inženýrství. Mimo technické obory se uplatňují také v archeologii, antropologii, restaurování či potravinářském průmyslu. Ve všech případech se kromě rozměrové analýzy aplikují také pro studium zaměřené na nedestruktivní zkoumání vnějších/vnitřních struktur a materiálového poškození. Příkladem může být kontrola vnitřního/vnějšího tvaru plastových, keramických, dřevěných, kovových či kompozitních komponentů [28].

4.1 Vymezení problému

Zkušební laboratoř rentgenově výpočtové mikro a nano tomografie CEITEC Brno se stala první laboratoří v České republice, která získala oprávnění provádět měření pomocí XCT. Od roku 2016 ve spolupráci s kalibrační laboratoří primární nanometrologie ČMI Brno nabízí akreditovaná XCT měření v souladu s akreditačními požadavky ČSN ISO/IEC 17025:2018 [17, 28].

Ve zkušební laboratoři CEITEC Brno se momentálně nacházejí čtyři mikrotomografické stanice, tedy mikro-CT, typu GE phoenix v|tome|x L240, GE phoenix v|tome|x M300, Thermo Fisher Scientific Heliscan (obr. 8 a) a Microme|x microfocus X-ray inspection systém (obr. 8 b). Kromě zmíněných mikro-CT se v laboratoři nachází také nano-CT měřicí zařízení, u kterého zatím nebyl posouzen postup kalibrace, a to hlavně z důvodu absence vhodného etalonu. I přes určitý pokrok, kterým nanometrologie prošla, ještě stále není v dnešní době možné na volném trhu sehnat vhodný etalon délky, který by plně vyhovoval nárokům pro měření na nano-CT přístroji. Etalon délky musí být rozměrově kompatibilní s měřicím přístrojem, aby se stal součástí etalonáže akreditované zkušební laboratoře, tudíž etalony pro mikro-CT přístroje nejsou aplikovatelné pro přístroje nano-CT. Kvůli těmto důvodům padl požadavek ze strany obou zkušebních laboratoří na vytvoření vhodného etalonu, který bude zaručovat metrologickou návaznost mezi přístroji Rigaku nano3DX umístěným v CEITECu Brno a SIOS NMM-1, který se nachází na ČMI. Vytvořená metrologická návaznost zaručí posouzení postupu kalibrace a následnou možnost uplatnění přístroje Rigaku nano3DX pro akreditovaná měření [17, 28].



Obr. 8: Ukázka mikro-CT: a) Thermo Fisher Scientific Heliscan, b) Microme|x microfocus X-ray inspection systém [29].

4.1.1 Výchozí závěrečné práce

Tato závěrečná práce volně navazuje na práci pana Ing. Brlici Pavla, který se zabýval tématem – Stanovení nejistoty měření nano-CMM SIOS NNM-1. Autor práce stanovoval nejistotu měření přístroje SIOS NNM-1 prostřednictvím čtyř rubínových kuliček o rozměrech 1 až 4 mm a za použití dvou metod pro vyhodnocení naměřených hodnot, metody substituční a Monte Carlo. Dosažené výsledky poukázaly na zvyšující se nejistotu u rubínových kuliček menších 3 mm. Problém byl indikován u dotykové sondy s příliš velkou snímací kuličkou. Dalším zádrhelem byl častý výpadek jednoho z laserových interferometrů, který nastával několikrát během měření. Závěrem autor doporučuje provedení servisní prohlídky výrobcem přístroje a nahrazení kuličky dotykové sondy za konkrétní menší kus. Díky těmto nápravám a vyhotovením kalibračního listu z dosažených výsledků měření je přístroj SIOS NMM-1 připraven roku 2020 pro ověřování etalonů a zajišťování návaznosti na jiné přístroje měřicí v podobném rozsahu [7].

Druhou práci, kterou je nutno zmínit, je téma pana Ing. Češka Jakuba, na kterou tato závěrečná práce navazuje přímo. Tématem je návrh vhodného etalonu délky pro oblast nanometrologie na pracovištích ČMI Brno a CEITEC Brno. Autor vycházel z faktu, že pro CT technologii neexistuje žádná uplatitelná norma, tudíž vycházel při návrhu etalonu z normy ČSN

EN ISO 10360-2:2010, která popisuje přijímací a periodické zkoušky souřadnicových měřících přístrojů (dále CMM). Norma kromě jiného obsahuje také typy etalonů, které mohou mít praktické využití u zkoušek CMM. Autor se inspiroval danými etalony a koncipoval jejich tvary pro kalibraci v nano měřítku. Výsledkem byly návrhy dvou etalonů pro zorná pole o velikosti $0,7 \times 0,9$ mm a $5,6 \times 7,2$ mm, jež by sloužily pro kalibraci měřícího zařízení Rigaku nano3DX. Vytvořené návrhy etalonů jsou podrobněji popsány v kapitole 6 [17, 35].

4.1.2 Účel závěrečné práce

Účelem této práce je na základě nabytých poznatků obou autorů navrhnout, vytvořit a odzkoušet vhodný etalon délky, který bude zajišťovat metrologickou návaznost mezi měřícími zařízeními Rigaku nano3DX a SIOS NMM-1. Vyhodnocení výsledků proběhne na základně stanovených nejistot měření při zajišťování kalibrace daného etalonu. Bude se jednat o přepracovanou verzi etalonu pro nejmenší zorné pole přístroje Rigaku nano3DX, a to z důvodu nevyhovující konstrukce původního návrhu.

Název a popis zadání úkolu je ovšem poněkud nekompletní, a to hlavně z důvodu aktualizace požadavku ze strany ČMI v průběhu psaní této práce. Ve skutečnosti je nutné navrhnout tři různé etalony. Každý z těchto etalonů se bude lišit svými rozměry, nejmenší bude odpovídat velikosti v mikrometrech, největší bude naopak dosahovat délky více než jednoho metru. Aktualizace požadavku se týká zejména přístroje Zeiss UPMC Carat 850, který je stejně jako SIOS NMM-1 taktéž umístěn na ČMI v Brně.

V prvé řadě se prostřednictvím všech tří etalonů zajistí návaznost měření mezi přístroji SIOS NMM-1 a Zeiss UPMC Carat 850. Pojítkem bude etalon střední velikosti, který díky svým rozměrům bude hraničit v měřícím rozsahu obou přístrojů. Nejmenší z etalonů se následně uplatní k zajištění kalibrace a návaznosti nano-CT Rigaku nano3DX, zatímco největší z etalonů nalezne uplatnění při zajištění kalibrace přístroje Zeiss UPMC Carat 850 a jeho návaznosti s přístroji měřícími v obdobném rozsahu, jež jsou umístěny v prostorách CEITEC Brno a ÚVSSR na FSI VUT.

5 POPIS MĚŘÍCÍ TECHNIKY LABORATOŘÍ CEITEC A ČMI BRNO

Jak již bylo v předchozích kapitolách zmíněno, metrologická návaznost pro měřicí zařízení Rigaku Nano3DX bude zajištěna pomocí přístroje SIOS NMM-1. Následujícími řádky je popsán princip funkce obou měřících zařízení, jejichž technické parametry jsou k nalezení také v příloze A.

5.1 Rigaku nano3DX

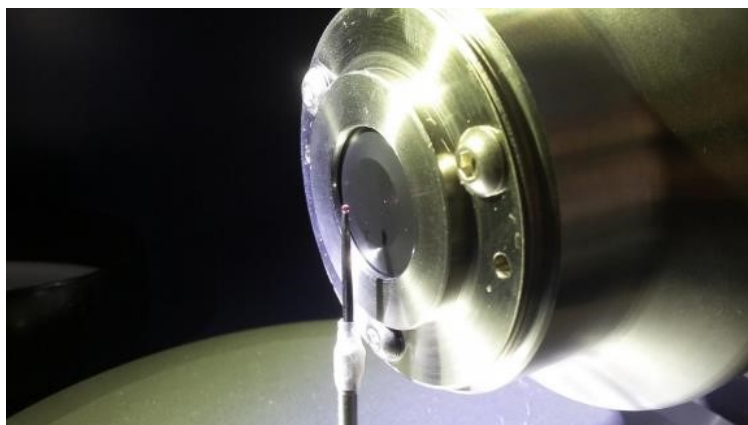
Tomografická stanice Rigaku nano3DX (obr. 9) vyráběná japonskou společností RigakuCorp je označována jako rentgenový mikroskop (XRM) se schopností vytvářet 3D snímky vzorků ve vysokém rozlišení. Díky vysokému rozlišení je umožněno měřit části vzorku na úrovni pár stovek nanometrů. Jeden z těchto modelů se také nachází ve zkušební laboratoři CEITEC Brno [30].



Obr. 9: Rigaku nano3DX [29].

Kombinace rotační anody s vysokým výkonem a optiky s vysokým rozlišením, kterou je Rigaku nano3DX vybaven, zajišťuje rychlejší sběr dat a možnost měnit anodové materiály ve formě tzv. rotačních terčů. Typ materiálu anody zajišťuje flexibilitu pro optimalizaci nastavení rentgenového záření a kontrastu u měřených vzorků v krátkém časovém intervalu. Nejčastěji využívanými materiály jsou molybden, chrom a měď. Samotné rentgenové záření vzniká v rentgence. Jedná se o vakuovanou trubici, ve které katoda emituje elektrony, které jsou urychlovány napětím o hodnotách 20 až 50 kV k anodě. Při průchodu otvorem v anodě, resp. přes rotační terče, dochází ke zabrzdění elektronů a přeměně části jejich kinetické energie na právě rentgenové záření, taktéž nazýváno jako rentgenové záření brzdné. Vzniklé záření se po průchodu měřeným objektem detekuje na CCD snímači s rozsahem 16 bitů o velikosti 3300 px × 2500 px. CCD (Charge Coupled Device) je definovaný jako elektronová součást využívaná právě pro snímání obrazové informace. Snímač je tvořen mimo jiné výměnnou trubicí poskytující zvětšení v rozsahu 2-20 násobku. Zorná pole jsou (0,7 × 0,9) mm; (1,4 × 1,8) mm; (2,8 × 3,6) mm; (5,6 × 7,2) mm. V závislosti na typu použité optiky jsou stanoveny rozměry voxelu – 0,27 μm; 0,54 μm; 1,08 μm nebo 2,16 μm. Mezi detektorem a zdrojem se nachází 5-osý automatický manipulační stůl, na který se umísťuje měřený vzorek. Konstrukce stroje dovoluje umístit vzorek v těsné blízkosti detektoru, viz obr. 10. Mimo jiné je systém měřícího

zařízení vytvořen způsobem, aby bylo umožněno měřit daný vzorek v libovolném bodě a libovolné rovině [17, 30].



Obr. 10: Detail měřeného vzorku v těsné blízkosti detektoru [31].

Ke zpracování dat se nejčastěji využívá program Matlab nebo rozšíření AnkaPhase pro software ImageJ. Jako vstupní data pro AnkaPhase se uplatňují samotné projekce naměřené tomografem. Pro zpracování musí uživatel zadat další vstupní hodnoty, mezi které patří indexy lomů, velikost pixelu kamery, energie použitého záření a vzdálenost mezi detektorem a vzorkem. Samotný obraz může být poté prostřednictvím projekcí zrekonstruován na příklad v programu VGStudio [17].

5.2 SIOS NMM-1

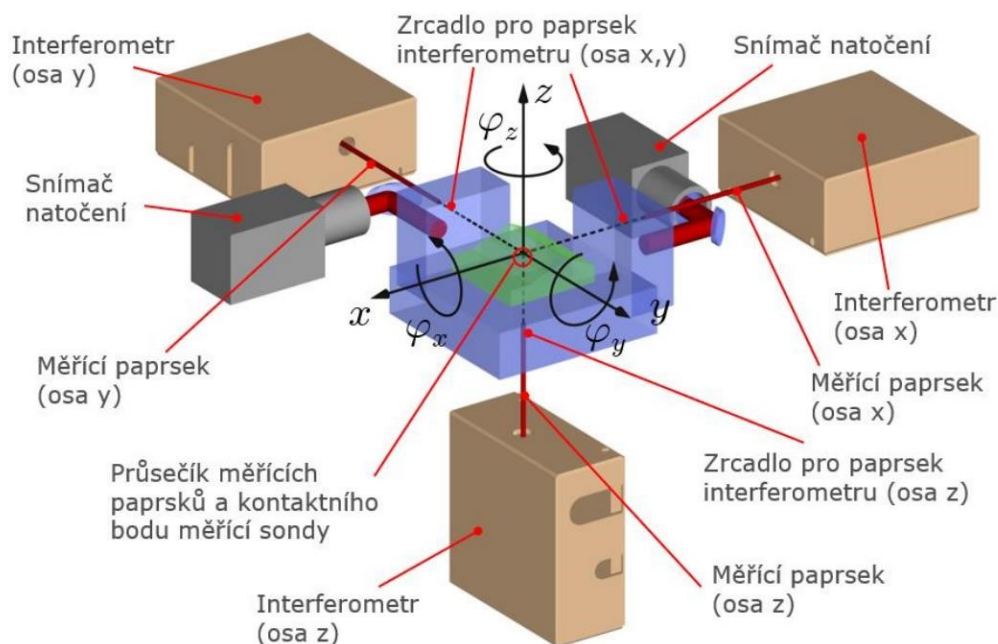
SIOS NMM-1 (obr. 11) vyráběný německou firmou SIOS Meßtechnik GmbH je souřadnicový měřicí přístroj určený pro měření objektů v nano měřítku, tzv. nano-CMM (Coordinate Measuring Machine). Jeden z těchto modelů vyznačující se měřicím rozsahem ($25 \times 25 \times 5$) mm s rozlišením 0,1 nm vlastní také laboratoř primární nanometrologie ČMI v Brně [32].



Obr. 11: SIOS NMM-1.

System přístroje se skládá ze třech helium-neonových laser interferometrů, měřicí sondy, zrcadla a pracovního stolu. Všechny komponenty jsou umístěny na sklo-keramickém rámu. Materiál rámu se konkrétně nazývá zeredur a vyznačuje se téměř nulovým koeficientem tepelné roztažnosti. Řídící jednotka se na základě opatření proti tepelnému účinku nachází

mimo měřicí zařízení. Pro kontrolu hodnot vlhkosti, tlaku a teploty jsou umístěny v měřicím prostoru příslušné senzory. Celý systém je kvůli omezení vibrací umístěn na vzduchových ložiscích [17, 32].



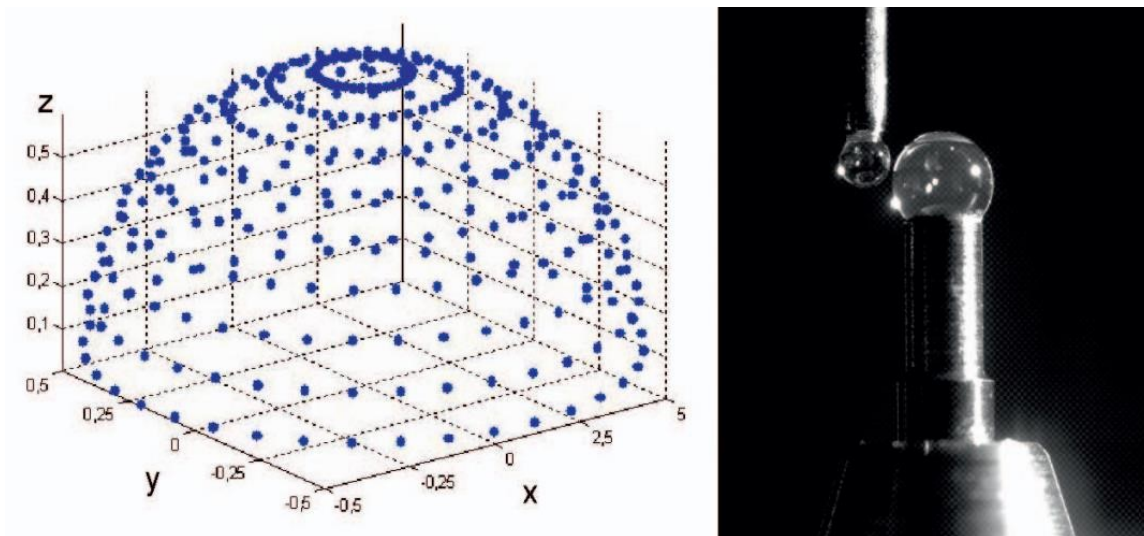
Obr. 12: Schéma rozmístění laser interferometrů systému měřicího přístroje SIOS NMM-1 [7].

SIOS NMM-1 se od ostatních typů CMM liší v pohybu měřeného objektu na místo sondy, tj. sonda je fixní a pracovní deska, na které je objekt umístěn, se pohybuje ve všech třech osách. Deska je vyrobena z invaru, materiálu, který stejně jako zerodur disponuje nízkým součinitelem teplotní roztažnosti. Přesná poloha pracovní desky je přes zrcadlový koutový odražeč kontrolována laser interferometry. K zamezení vychylování zrcadla z požadované polohy slouží dva snímače natočení. Jak je dle obr. 12 patrné, interferometry jsou umístěny způsobem, aby se jejich paprsky protínaly v jednom bodě, který se shoduje s bodem dotyku měřicí sondy. Popsaný systém byl navržen za účelem zabránění výskytu chyb spojených s Abbeho principem, který se běžně vyskytuje u ostatních CMM, kde pohyb koná sonda [17, 32].

Další výhodou měřicího zařízení SIOS NMM-1 je možnost výměny systému dotykové sondy za jiný snímací systém, kterým může být mikroskop atomárních sil, laser focus sensor nebo snímač chromatického bílého světla. Pro účely této závěrečné práce jsme ovšem setrvali u volby snímacího systému prostřednictvím dotykové sondy, konkrétně u modelu Grannen XP. Ten se vyznačuje soustavou 12 piezorezistivních prvků uspořádaných do 4 skupin obklopujících měřicí sondu. Tyto skupiny prvků propojené Wheatstoneovými můstky tvoří tzv. křemíkovou membránu, která slouží k poskytování signálu při zaznamenání doteku. K samotné membráně je připojena vyměnitelná sonda tvořena safírovou kuličkou s měřicími doteky o průměru 0,5 mm; 0,3 mm a 0,12 mm. Princip měření zařízení SIOS NMM-1 pomocí Grannen XP je založen na snímání dotyku pouze v ose z, tzn. ke každému bodu naměřeném v určité výšce se vztahuje bod na rovině xy, viz obr. 13 [17, 32].

SIOS NMM-1 lze ovládat pomocí vlastního softwaru, přes který lze nastavit všechny potřebné parametry přístroje. Stejně jako u přístroje Rigaku nano3DX se zařízení obsluhuje

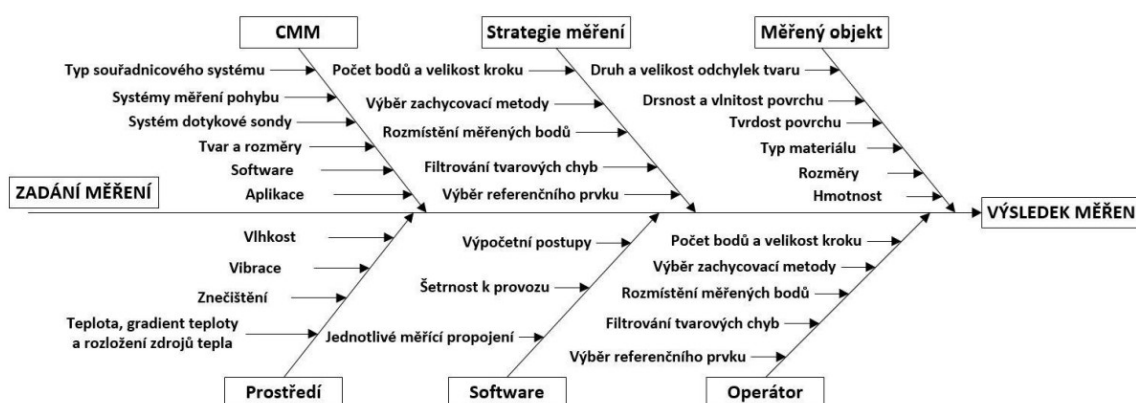
prostřednictvím PC s operačním systémem Windows. Výstupní data je taktéž možné zpracovávat přes program Matlab [17].



Obr. 13: Ukázka měření pomocí dotykové sondy [32].

5.2.1 Porovnání měřicích zařízení SIOS NMM-1 s Rigaku nano3DX

V současnosti jsou CMM⁵ v průmyslových oblastech rozšířenější, a to hlavně z důvodu absence mezinárodních norem, které by specifikovali ověření způsobilosti pro CT měřicí zařízení. Na normách pro tomografické stanice využívané v průmyslu se momentálně stále pracuje, proto se doporučuje v případě potřeby vycházet z normy pro CMM – ČSN EN ISO 10360. Další nevýhodou CT technologií je větší množství faktorů ovlivňujících měření. Faktory u obou přístrojů přehledně zobrazují diagramy příčin a následků, též nazývány jako Ishikawovy diagramy, které jsou uvedeny na obr. 14 a obr. 15 [17, 26, 46].

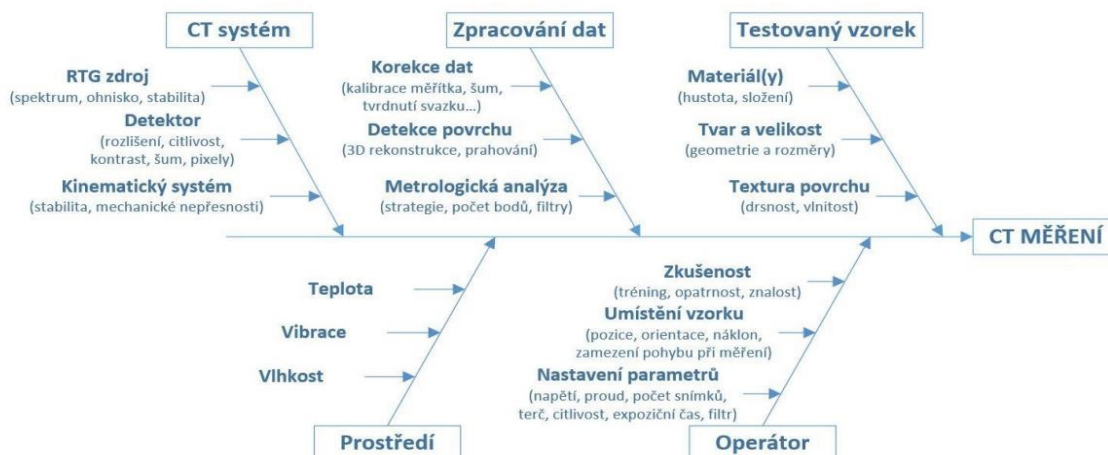


Obr. 14: Ishikawův diagram s faktory ovlivňující měření na CMM [17].

Jak již bylo v kapitole 3.4 zmíněno, rentgenová tomografie je metoda založená na nedestruktivním zobrazování vnějších i vnitřních struktur, tzn. že u komplexnějšího měřeného vzorku není nutná jakákoliv demontáž či destrukce pro kompletní naskenování všech jeho potřebných částí. Kromě toho, na rozdíl od CMM, nedochází u této metody k přímému dotyku

⁵ Výpočetní tomografie lze zařadit do podskupiny CMM. V této práci se ovšem uvedené typy měřicích systémů z důvodu lepší přehlednosti a usnadnění porovnávání kategorizují zvlášť.

s měřeným vzorkem. U CMM může mít právě tento silový kontakt sondy s měřeným vzorkem vyrobeným z pružného, popř. měkkého materiálu, za následek vznik chyb způsobených deformacemi tohoto materiálu [17].



Obr. 15: Ishikawův diagram s faktory ovlivňující měření na CT [17].

5.3 Zeiss UPMC Carat 850

Namátkou by bylo dobré zmínit přístroj Zeiss UPMC Carat 850 typu SuperACC, viz obr. 16, který také patří do vlastnictví ČMI Brno. Přístroj je vyráběn německou firmou Carl Zeiss AG a stejně jako SIOS NMM-1 spadá do kategorie CMM. Vůči výše uvedeným přístrojům je rozdíl především v rozsahu měření – (850 × 1 200 × 600) mm. I přes velký rozsah je přístroj schopný poskytnout výsledky měření s rozlišením 0,1 μm a s konstantní částí nejistoty pouze 0,4 μm [33].



Obr. 16: Zeiss UPMC Carat 850 [34].

Systém přístroje je koncipován ve formě měřicího zařízení s CNC řízením. Pohyb vykonává sonda prostřednictvím portálu, jehož lineární vedení je uloženo na vzduchových ložiscích. Vzduchová mezera ložisek dosahuje hodnot přibližně 5 μm a zajišťuje přesné uložení celého portálu. Díky tomu, že je vesměs celá hmota přístroje uložena na vzduchových polštářích, dochází k výrazné redukci vlivu okolních vibrací na měření. Odměřování přesné polohy v osách je realizováno pomocí optických pravítek vyrobených z materiálu zaručující velmi nízkou teplotní roztažnost. Hlava snímáčí sondy je vyměnitelná pro potřeby různorodých

měření. Deska je na rozdíl od portálu stabilní, ovšem firma Zeiss umožňuje dokoupení rotačního stolu v rámci zajištění pohybu ve 4. ose. Hornina gabro, z které je deska vyrobena, se vyznačuje vysokou tvrdostí, nulovým vlivem korozivních prvků a možností být ořezána a využívána v požadované velikosti bez rizika rozpadu. Měřicí zařízení mimo jiné disponuje systémem, který zajišťuje výpočet matematických korekcí v případě ohybu desky nebo výskytu nepříznivých teplotních podmínek [33, 34].

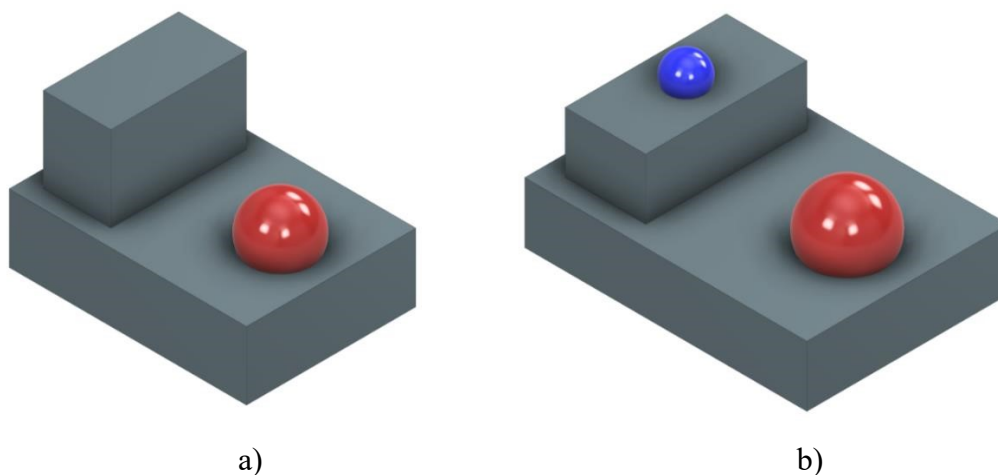
Zeiss UPMC Carat 850 je ovládán a programován prostřednictvím univerzálního softwaru firmy Zeiss, Calypso. Software je uživatelsky přívětivý, dovoluje ku příkladu plán a simulaci měření provádět na základě CAD modelu v offline režimu. Prostřednictvím funkce PIM (Product Manufacturing Information) dokáže z CAD modelu převzít tolerance a odchylky tvaru a polohy, a díky tomu znatelně ulehčit tvorbu plánu měření [34].

6 NÁVRH VARIANT, VÝROBA A ODZKOUŠENÍ HMOTNÝCH ETALONŮ

Na základě požadavků stanovených vzájemnou dohodou mezi CEITEC a ČMI Brno je nutné vytvořit etalon, který v souladu s normou ČSN EN ISO 17025:2018 bude pokrývat celé zorné pole přístroje Rigaku nano3DX. Jak bylo zmíněno v kapitole 5, Rigaku nano3DX je schopno měřit v zorných polích [17]:

- **(0,7 × 0,9) mm,**
- (1,4 × 1,8) mm,
- (2,8 × 3,6) mm,
- (5,6 × 7,2) mm.

K pokrytí celého zorného pole je zapotřebí vytvořit dva etalony, přičemž jeden z nich pokryje nejmenší zorné pole a druhý zorné pole největší. Jak je uvedeno v 4. kapitole, návrhy obou etalonů byly již vytvořeny panem Ing. Češkem. Návrh etalonu pro zorné pole (5,6 × 7,2) mm byl na rozdíl od etalonu pro zorné pole (0,7 × 0,9) mm plně vyhovující a byl doporučen pro výrobu a následnou kalibraci, viz obr. 17 b). Tělo tohoto etalonu bylo koncipováno do dvou schodů ze zeroduru, na nichž byly umístěny rubínové kuličky o průměrech 2 a 1 mm. Měřená rozteč středů kuliček, která reprezentovala kalibrovanou zkušební délku, měla hodnotu 4 mm. Byly vymyšleny dva návrhy. Původní návrh etalonu uvažoval s jednou kuličkou o průměru 2 mm, kde by kalibrovaná zkušební délka o velikosti 2,5 mm představovala vzdálenost středu kuličky se stěnou jednoho z vyšších schodů, viz obr. 17 a). Tento návrh byl zamítnut z důvodu příliš častého překrývání se prvků během projekce. Soubor ověřovacích měření probíhal na přístrojích SIOS NMM-1 i Rigaku nano3DX na základě měření průměrů jednotlivých kuliček [17].

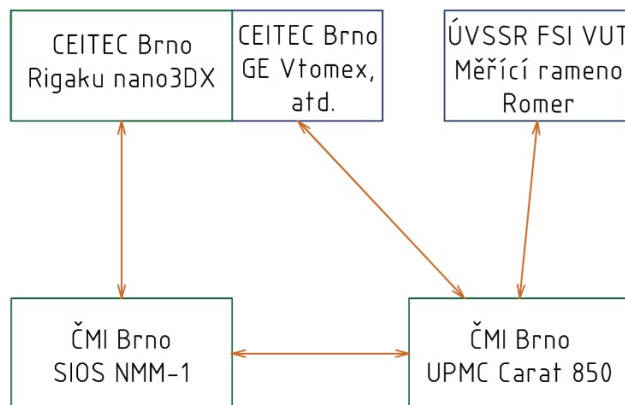


Obr. 17: Modely etalonů pro zorné pole (5,6 × 7,2) mm přístroje Rigaku nano3DX: a) původní návrh, b) realizovaný návrh⁶ [17].

Návrh etalonu pro nejmenší zorné pole jeho osobou byl v této práci převzat a na základě vzniklých připomínek ze CEITEC Brno modifikován pro eliminaci zbylých konstrukčních

⁶ Barvy modelů uvedených v této práci byly zvoleny pouze pro ilustračně orientační účely, nereprezentují skutečné materiály, které jsou v databázi Autodesk Inventor k barvám přiřazeny.

nedostatků. Odzkoušení a ověření vytvořeného etalonu proběhne na přístroji SIOS NMM-1, popř. Rigaku nano3DX. Následnou kalibrací na Rigaku nano3DX bude docíleno zajištění požadované metrologické návaznosti. Kromě toho budou navrženy další dva etalony. Největší z nich poslouží k zajištění kalibrace přístroje Zeiss UPMC Carat 850 a jeho návaznosti na přístroje umístěné v CEITEC Brno a na ÚVSSR FSI VUT. Všechny tři etalony reprezentující kalibrovanou zkušební délku poslouží pro navázání metrologického řetězce mezi zmíněnými přístroji umístěnými na ČMI v Brně. Pro úplnou představu přikládám schéma návaznosti mezi jednotlivými přístroji, viz obr. 18 [17].



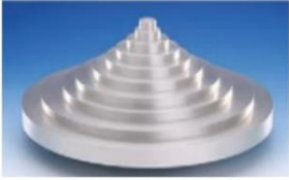

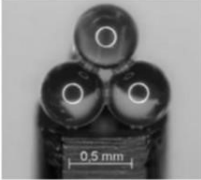

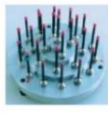


Obr. 18: Schéma návaznosti jednotlivých měřících zařízení umístěných v různých institutech.

V této kapitole jsou popsány návrhy, výroba a odzkoušení všech tří etalonů, které na základě své velikosti dostaly pracovní názvy:

- Nano etalon,
- Mikro etalon,
- Maxi etalon.

Inspirace pro vytvoření etalonů pochází z norem ČSN EN ISO 10360-2:2010. Norma se zabývá geometrickými požadavky na výrobky, konkrétně přejímacími a periodickými zkouškami CMM. V její normativní příloze B lze najít etalony reprezentující kalibrované zkušební délky užívané v mikro a nanometrologii, viz tab. 1. Uvedené etalony v této normě bohužel nesplňují stanovené požadavky, a to buď z hlediska nevyhovující konstrukce pro daný způsob měření nebo nedostupnosti etalonu na volném trhu. Návrhy všech tří etalonů budou vycházet z jednoho společného znaku, a tím jest snímání referenčních kuliček [35].

Tab. 1: Příklady etalonů kalibrované délky užívaných v mikro a nanometrologii [17].

Stupňový válec	Hranolové etalony	Sestava rubínových kuliček	Etalony s referenčními kuličkami	
				
				

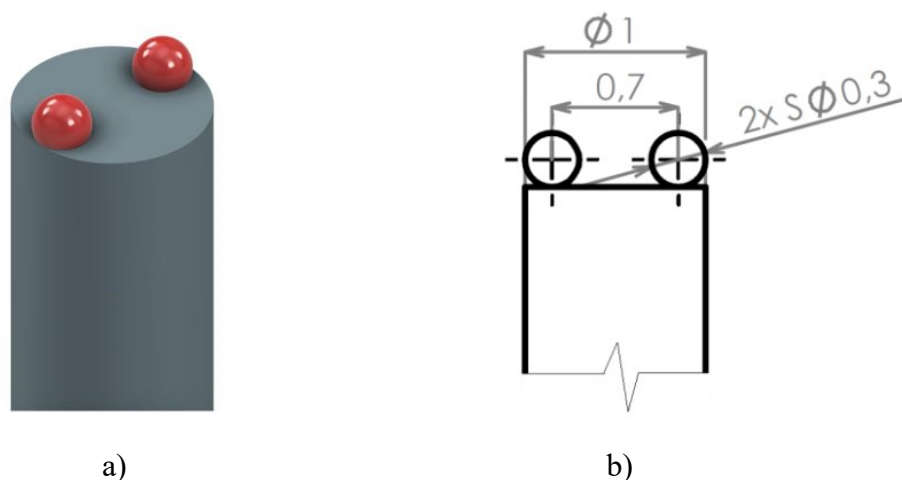
Výkresová dokumentace ke všem etalonům bude k nalezení v příloze B. Výkresy i 3D modely byly vytvořeny pomocí softwarů společnosti Autodesk - Inventor a AutoCAD.

6.1 Nano etalon

Nano etalon je velikostně koncipován pro zorné pole ($0,7 \times 0,9$) mm přístroje Rigaku nano3DX. Účelem tohoto etalonu je spolu s etalonem pro zorné pole ($5,6 \times 7,2$) mm zajistit kalibraci daného nano-CT spolu s návazností na přístroj SIOS NMM-1. Na základě faktu, že může Rigaku nano3DX ve svém nejmenším zorném poli dosahovat velikosti voxelu v hodnotě $0,27 \mu\text{m}$, je nutné využít kuličky pro snímání o průměru menším než $0,5 \text{ mm}$. Ověření a odzkoušení reálného Nano etalonu proběhne jak na přístroji SIOS NMM-1, tak na přístroji Rigaku nano3DX [17].

6.1.1 Původní návrh etalonu pro zorné pole ($0,7 \times 0,9$) mm

Návrh pana Ing. Česka je dle normy ČSN EN ISO 10360-2:2010 inspirován podle konceptu ball bar ve významu znamenající tyč, na jejichž obou koncích je připevněna jedna koule. Myšlenkou etalonu je změření vzdálenosti dvou středů kuliček. Při uvažování maximální možné délky tyče způsobem, aby vzdálenost obou středů kuliček byla viditelná v maximální možném rozsahu stanoveného zorného pole, se došlo k závěru, že tyč není možné vyrobit s vidinou praktického využití. Z tohoto důvodu se přešlo od konceptu ball bar ke konceptu ball plate, tedy kuliček umístěných v určité vzdálenosti od sebe na společné desce. Pomyslnou deskou byl v tomto případě rovinný povrch konce tyčinky, viz obr. 19 a) [17, 35].



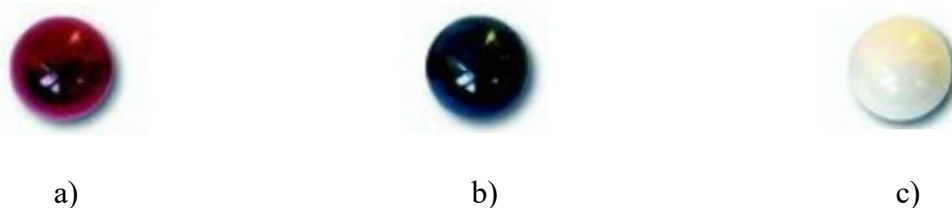
Obr. 19: Etalon pro zorné pole $0,7 \times 0,9 \text{ mm}$: a) model, b) 2D náčrt s rozměry [17].

Dle náčrtu (Obr. 19 b) je patrné, že pro etalon byly zvoleny kuličky o 3 mm průměru umístěné na tyčince o průměru 1 mm . Délka tyčinky o 10 mm zajišťovala přichycení kuliček v dostatečné výšce detektoru. Tyčinka byla vyrobena z uhlíkových vláken, ty díky své nízké absorpci, dlouhodobé rozměrové stabilitě a nízkému teplotnímu součiniteli roztažnosti splňují požadavky pro nano-CT měření [17].

Pro kuličky byly zvažovány tři nejběžněji dostupné materiály, konkrétně rubín, nitrid křemíku a zirkon (obr. 20). Pro převážnou většinu měřících aplikací, včetně výpočetní tomografie, nejvíce vyhovuje svými vlastnostmi rubín, který patří vůbec mezi nejtvrďší materiály na světě. Na Mohsově stupnici tvrdosti je rubín umístěný hned na druhém místě za diamantem, tedy na stupni tvrdosti 9. Syntetický rubín je definován jako oxid uhličitý s čistotou

99 %. Jeho výroba se provádí tzv. Verneuilovou metodou, tedy metodou, při níž se taví práškový materiál v plameni o teplotě 2000 °C. Takto vzniklé kapky taveniny se následně ukládají na chladnou povrch krystalu, jenž je umístěn v temperované komoře. Při posledním kroku této metody jsou krystaly nařezány a obrobny do velmi přesného kulovitěho tvaru. Vzniklé kuličky vynikají svojí odolností proti mechanickému poškozování, vysokou pevností a neobyčejně hladkým povrchem [17].

Existují pouze dva případy, při nichž není rubín upřednostňován. Konkrétně v případě skenování součástky z hliníku, kdy může docházet k adhezivnímu otěru, při kterém se uvolňují a následně usazují částice hliníku na povrchu rubínové kuličky. Druhým případem je skenování součástky z litiny, kdy při vzájemném působení obou materiálů by mohlo dojít k opotřebení povrchu rubínové kuličky otěrem. K předcházení vlivu adhezivního otěru lze zvolit alternativu v podobě nitridu křemíku. Nitrid křemíku je taktéž velice tvrdý materiál (8,5 dle Mohsovy stupnice tvrdosti) s vysokou odolností proti otěru, výjimkou je ovšem kontakt s ocelovými povrchy, kde naopak otěr těchto materiálů vykazuje značnou míru opotřebení. Mimo jiné, leštěním kuliček lze dosáhnout u tohoto materiálu hladkého povrchu na úrovni rubínu. Pro vyvarování se opotřebení otěrem u litin lze rubín nahradit oxidem zirkoničitým neboli zirkonem. Jedná se o keramický materiál, jenž stejně jako rubín vyniká vysokou pevností a tvrdostí (8 dle Mohsovy stupnice tvrdosti) [17, 36].



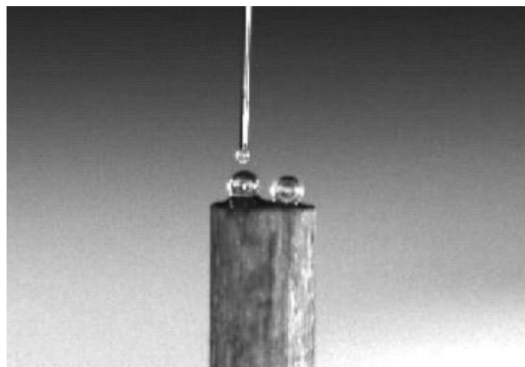
Obr. 20: Ukázka kalibrovaných kuliček z: a) rubínu, b) nitridu křemíku, c) zirkonu [17].

Na základě požadovaných rozměrů, vlastností, ceny a dostupnosti byly pro realizaci daného etalonu zvoleny kuličky ze syntetického rubínu. Kuličky s tyčinkou byly zakoupeny přes firmu Renishaw [36].

6.1.2 Výroba a odzkoušení původního etalonu pro zorné pole (0,7 × 0,9) mm

Etalony takto malých rozměrů se standartně nevyrábí, tudíž je nutné přejít k vlastní realizaci na ČMI. Etalon byl vytvořen v přesné mechanické dílně oddělení primární nanometrologie a technické délky. Podstatou výroby bylo přilepení kuliček na tyčinku způsobem, aby vzájemná vzdálenost jejich středů byla 0,7 mm. Lepení bylo docíleno za pomoci epoxidové pryskyřice, která se vyznačuje nízkou absorptivitou, rozměrovou stabilitou a vysokou tvrdostí [17].

Ze závěru práce pana Ing. Česka se lze dočíst, že vyrobený etalon nesplňoval přesně navržené rozměry z důvodu komplikované manipulace s malými prvky. Výsledná vzdálenost středů kuliček byla podle jeho slov vyhovující. Naměřená hodnota dosahovala přibližně 575,5 μm, což je hodnota, která je bez problému viditelná v daném zorném poli. Snížení této vzdálenosti bylo ovšem na úkor omezení manipulačního prostoru pro dotykovou sondu, viz obr. 21. Odzkoušení etalonu se provádělo na přístroji SIOS NMM-1. Na stejném přístroji také proběhl soubor ověřovacích měření, kde byly primárně měřeny průměry rubínových kuliček a sekundárně jejich rozteč. Ověřování se poté uskutečnilo také na přístroji Rigaku nano3DX, kde se primárně ověřovala rozteč středů rubínových kuliček a až poté jejich průměr [17].

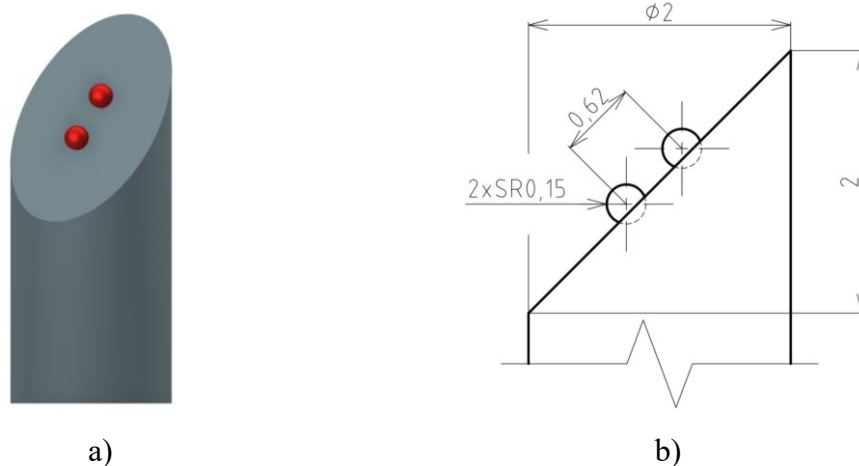


Obr. 21: Snímek reálného etalonu pro zorné pole ($0,7 \times 0,9$) mm při měření na přístroji SIOS NMM-1 dotykovou sondou o průměru 0,12 mm [17].

Na základě výsledků autor doporučuje vyrobený etalon pro kalibraci určeného přístroje. Ze strany CEITEC Brno ovšem došel požadavek na přepracování původního návrhu z důvodu častého překrývání se jednotlivých prvků etalonu během projekce a jejich výskytu na hranicích zorného pole [17].

6.1.3 Návrh Nano etalonu

Na základě vzniklých připomínek ze strany CEITEC Brno byl původní návrh etalonu pro zorné pole ($0,7 \times 0,9$) mm v této práci převzat a přepracován. Problém s překrýváním prvků během projekce na tomografické stanici byl vyřešen umístěním kuliček na šikmou plochu. Plocha je nakloněna vůči původní poloze o 45° , viz obr. 22. Velikost a materiál kuliček byl zachován. Změna byla provedena především u tyčinky. Hodnota průměru tyčinky byla z důvodu usnadnění upínání etalonu zvýšena na 2 mm. Volba materiálu a délky se ovšem nezměnila. Kuličky s tyčinkou byly opět zakoupeny přes firmu Renishaw [36].



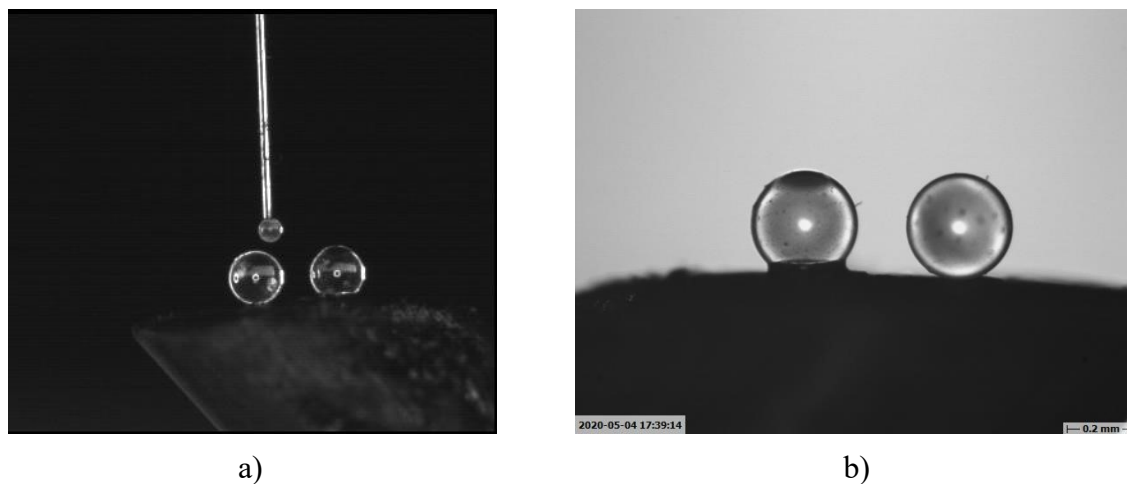
Obr. 22: Nano etalon: a) model, b) 2D náčrt s rozměry.

Vzdálenost středů kuliček byla stanovena na 0,62 mm. Aby byla zajištěna viditelnost celých tvarů obou kuliček v zorném poli ($0,7 \times 0,9$) mm, musela by daná rozteč dosahovat hodnoty maximálně 0,6 mm. Zmenšení stanovené vzdálenosti bohužel už není přípustné z důvodu zajištění dostatečně velkého manipulačního prostoru pro dotykovou sondu.

6.1.4 Výroba a odzkoušení Nano etalonu

Vzhledem ke zkušenostem s původní verzí etalonu nebyla zapotřebí výroba funkčního vzorku. Samotná výroba Nano etalonu probíhala ve všech směrech stejně jako u předchozího návrhu.

Jediným rozdílem byla počáteční nutnost zkosit plochu vrcholu tyčinky o 45°. Seříznutí tyčinky a následné lepení rubínových kuliček pomocí epoxidové pryskyřice bylo opět uskutečněno v přesné mechanické dílně oddělení primární nanometrologie a technické délky na ČMI.



Obr. 23: Snímky z přístroje SIOS NMM-1: a) s dotykovou sondou, b) bez dotykové sondy.

Při zkoušení rozměrové kompatibility etalonu na přístroji SIOS NMM-1 došlo ke zjištění, že kuličky byly opět přilepeny příliš k sobě, než bylo původně navrhováno. Vzhledem ke vzniklé vzájemné poloze obou kuliček se nebylo možné dostat s dotykovou sondou Grannen XP o průměru 0,12 mm zcela mezi ně, viz obr. 23. Velikost dotykové sondy sice přibližně odpovídá vzniklému prostoru mezi kuličkami, ovšem měření v této oblasti je příliš riskantní z důvodu potenciálního poškození etalonu, popř. dotykové sondy při najíždění.

Soubor ověřovacích měření byl naplánován pro oba přístroje stejným způsobem jako tomu bylo u původního etalonu. Konkrétní postup zajišťování kalibrace na přístroji SIOS NMM-1 s následným výpočtem nejistoty měření je podrobně popsán v následujících kapitolách (kap. 7 a 8).

6.2 Mikro etalon

Mikro etalon je vytvořen za účelem zajištění návaznosti mezi přístroji SIOS NMM-1 a Zeiss UPMC Carat 850. Vzhledem k tomu, že každý z přístrojů je uzpůsoben pro měření součástí v jiném měřicím rozsahu, musí být tento etalon koncipován do velikosti, která bude pokrývat měřicí rozsahy obou těchto přístrojů. Odzkoušení a ověření rozměrové kompatibility proběhne taktéž na zmíněných přístrojích. Po zajištění prvotního účelu bude možné etalon i nadále využívat pro kalibraci pomocí metody free-form, což je metoda, kterou lze univerzálně kalibrovat CMM přístroje, jež se zabývají problematikou měření obecných tvarových ploch [37].

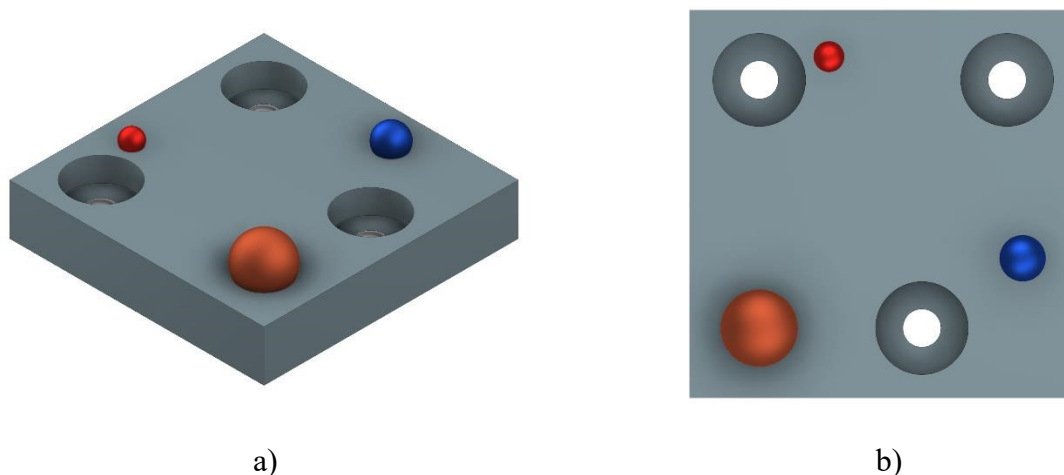
Prvotně byla v průběhu práce navržena verze na základě požadavků ČMI Brno. Ta byla uzpůsobena zejména pro měření na přístroji SIOS NMM-1, tj. bylo zvoleno alespoň potřebné minimum kuliček, aby byla splněna základní podmínka různorodosti tvarové plochy pro budoucí kalibrace pomocí metody free-form a zároveň byl zajištěn dostatečný manipulační prostor pro dotykovou sondu Grannen XP. S navrženým konceptem ovšem nebyli pracovníci CEITEC Brno spokojeni, tudíž doporučili přepracování původního návrhu, včetně výběru odlišných materiálů, které budou více vyhovovat nárokům na měření na přístroji Rigaku nano3DX.

Návrh Mikro etalonu pro přístroj SIOS NMM-1

V podobenství s Nano etalonem byl i návrh Mikro etalonu inspirován dle normy ČSN EN ISO 10360-2:2010 konceptem ball plate, tedy kuliček umístěnými na společné desce. U původní verze Mikro etalonu byly na základně maximálního měřicího rozsahu přístroje SIOS NMM-1 zvoleny rozměry destičky (25 × 25 × 5) mm. Zvolená velikost měla také plně vyhovovat měřicímu rozsahu přístroje Zeiss UPMC Carat 850. Destička po vzoru etalonu pro zorné pole (7,2 × 5,6) mm měla být tvořena taktéž zerodurem. Tento sklokeramický materiál v daném měřítku zajišťuje požadovanou nízkou absorpci, dlouhodobou teplotní stabilitu a nízký teplotní součinitel roztažnosti. Ačkoli je zerodur finančně nákladný materiál, při daných rozměrech se jedná o levnější a dostupnější variantu v porovnání s materiály užitými pro Nano etalon [17, 35].

Na destičku měly být umístěny tři kuličky o rozměrech 5; 3 a 2 mm. Návrh vzájemné polohy středů kuliček byl pokusem o seskupení měřených prvků do ne příliš přesného rovnostranného trojúhelníku. Rozvržení snímaných prvků bylo uzpůsobeno pro vytvoření dostatečně velkého manipulačního prostoru pro dotykovou sondu. Pro pohyb snímače v plném rozměrovém rozsahu etalonu bylo nutné zajistit minimálně 1,5 mm volný prostor mezi kuličkou a vnější hranou destičky. Aby dle požadavků mohl být Mikro etalon i posléze využíván pro kalibraci metodou free-form, musela být kromě různých poloh kuliček zajištěna také odlišná výška jejich středů od povrchu destičky. Materiálem kuliček byl opět zvolen syntetický rubín.

Při měření na přístroji SIOS NMM-1 měla být destička etalonu připevněna třemi šrouby se závitem M3. Vzhledem k tomu, že šrouby nesmí narušovat měřicí proces, bylo navrženo využití šroubů s válcovou hlavou, která by byla dokonale zapuštěna s měřenou plochou zerodurové destičky. Ukázku vytvořeného 3D modelu si lze prohlédnout na obr. 24.



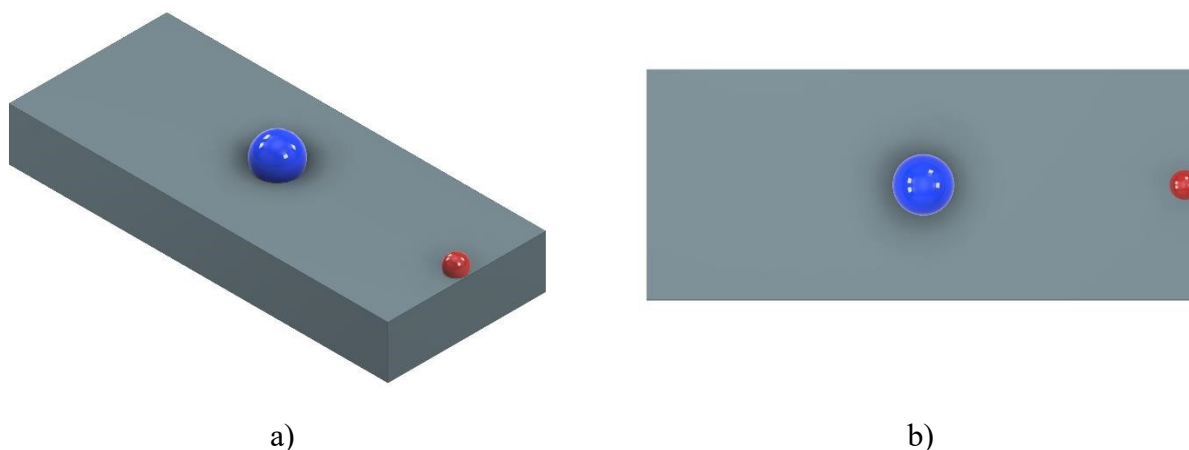
Obr. 24: Původní 3D model Mikro etalonu: a) výchozí pohled, b) pohled ze shora.

6.2.1 Funkční vzorek Mikro etalonu

Původní návrh Mikro etalonu pracovníkům CEITEC Brno nevyhovoval z důvodu prosté konstrukce a nevhodné volby materiálu destičky. Budoucí Mikro etalon má být realizovaný do podoby páru desítek rubínových kuliček různých velikostí fixovaných do destičky tvořené uhlíkovými vlákny. Pracovníkům z ČMI Brno se z počátku volba uhlíkových vláken na úkor zeroduru z pohledu mechanických vlastností moc nezamlouvala, ovšem změna byla nakonec

učiněna na základě argumentů souvisejících s lepší zpracovatelností a schopností lépe prozařovat tento materiál při potenciálním měření na některých z nano-CT, popř. mikro-CT.

V průběhu psaní této závěrečné práce se stihl vyrobit pouze funkční vzorek Mikro etalonu, jehož destička byla navržena z požadovaných uhlíkových vláken o rozměrech (36 x 15 x 5) mm. Na destičku byly umístěny pouze dvě rubínové kuličky o průměrech 4 a 2 mm. Dle obr. 25 je patrné, že menší z kuliček byla umístěna přesně na okraj destičky, zatímco druhá byla umístěna do pomyslného středu. Takto jednoduchý návrh je pro ověření mechanických vlastností naprosto dostačující.



Obr. 25: Realizovaný 3D model funkčního vzorku Mikro etalonu: a) výchozí pohled, b) pohled ze shora.

6.2.2 Výroba a odzkoušení funkčního vzorku Mikro etalonu

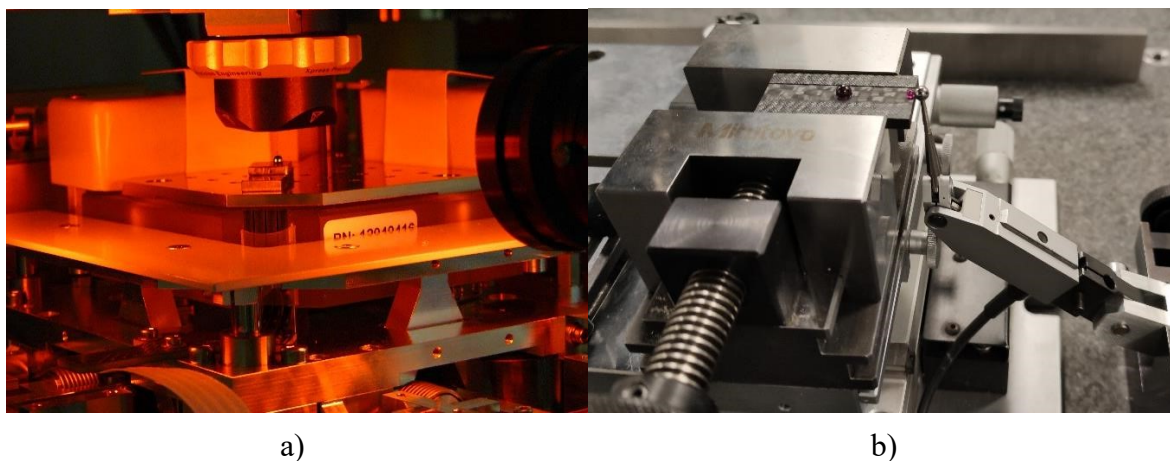
Po zakoupení potřebných součástí funkčního vzorku Mikro etalonu od firmy Renishaw byla výroba uskutečněna opět v přesné mechanické dílně oddělení primární nanometrologie a technické délky na ČMI. Prvním krokem byla úprava, resp. obrobení destičky dle navržených rozměrů. Před aplikací lepidla v podobě epoxidové pryskyřice byly do destičky vyhloubeny důlky, tzv. slepé otvory, reprezentující 30 % objemu každé ze zmíněných kuliček. Díky takto vyhloubeným důlkům byla zajištěna odlišná výška všech středů kuliček od povrchu destičky. Na obr. 26 si lze všimnout frézované a následně broušené části povrchu destičky, do které jsou dané kuličky fixovány. Dle výkresové dokumentace dohledatelné v příloze B se s touto úpravou původně nepočítalo z důvodu požadavku rozdílné výšky středů kuliček vůči povrchu destičky v rámci zajištění kalibrace pomocí metody free-form. Tento krok výroby lze pokládat za zbytečný. Posledním krokem byla fixace kuliček pomocí zmíněného lepidla. [36].



Obr. 26: Realizovaný návrh funkčního vzorku Mikro etalonu.

Odzkoušení spolu s příslušným souborem ověřovacích měření bylo provedeno jak na přístroji SIOS NMM-1, tak na přístroji Zeiss UPMC Carat 850. Měření u obou přístrojů bylo zaměřeno na průměry jednotlivých kuliček a jejich vzájemnou rozteč. Na obr. 27 b) si lze povšimnout zatížení měřeného vzorku páčkového snímače Tesa o síle 1 200 mN z důvodu zamezení vysokého rozptylu naměřených dat vlivem vzniku sil působících na vzorek, které vznikly fixací vzorku ve svěráku. Měření bylo provedeno také bez dotykové kuličky. Přehled naměřených hodnot z přístroje Zeiss UPMC Carat 850 si lze prohlédnout v příloze C. V porovnání obou měřících metod, které byly provedeny na tomto přístroji, se ovšem naměřené hodnoty liší minimálně, tudíž můžeme vliv měřicí síly na polohu kuliček zanedbat.

Před výrobou panovaly obavy ohledně stupně pevnosti fixace rubínových kuliček s destičkou z uhlíkových vláken. Také zde byl již zmíněný problém související s potenciálním ohybem destičky při možném zatížení. Výrobou a odzkoušením funkčního vzorku Mikro etalonu byly tyto obavy vyvráceny. Vzhledem k velkému počtu kuliček plánované finální verze Mikro etalonu bude nutné vyřešit fixaci tohoto etalonu při měření na přístroji SIOS NMM-1 (obr. 27 a). Předpokládá se, že množství kuliček znemožní využití spoje destičky s pracovní deskou pomocí šroubů s válcovou hlavou. Při měření funkčního vzorku byla fixace funkčního vzorku řešena aplikací plastelíny. Tato metoda ovšem není zcela vyhovující a dle slov pracovníků ČMI Brno bude muset být nalezena potřebná alternativa pro budoucí měření.



Obr. 27: Soubor ověřovacích měření na přístroji: a) SIOS NMM-1, b) Zeiss UPMC Carat 850.

6.3 Maxi etalon

Maxi etalon je vytvořen za účelem kalibrace přístroje Zeiss UPMC Carat 850 a zajištění jeho návaznosti s přístroji měřícími v podobném rozsahu, jež se nacházejí v CEITEC Brno a na ÚVSSR VUT. Příkladem mohou být přístroje série GE v|tome|x nebo měřící rameno Römer. U ramene Römer (obr. 28), které je součástí CNC obráběcího stroje, bude Maxi etalon především zaměřen na rychlou identifikaci volumetrické přesnosti. Volumetrická přesnost představuje těsnost shody mezi teoretickou a skutečnou polohou nástroje vůči obrobku ve velkém množství bodů v celém pracovním prostoru. Z toho důvodu vznikl požadavek na vytvoření etalonu s maximální roztečí snímaných prvků o hodnotě 1 m, kde by velikost snímané rozteče měla být v omezené míře nastavitelná. Kvůli zajištění stability etalonu při měření v omezených a různorodých prostorách jednotlivých přístrojů bylo doporučeno navrhnout tzv. patky. Posledním požadavkem bylo zajištění možnosti bočního upínání. Snímané prvky budou opět

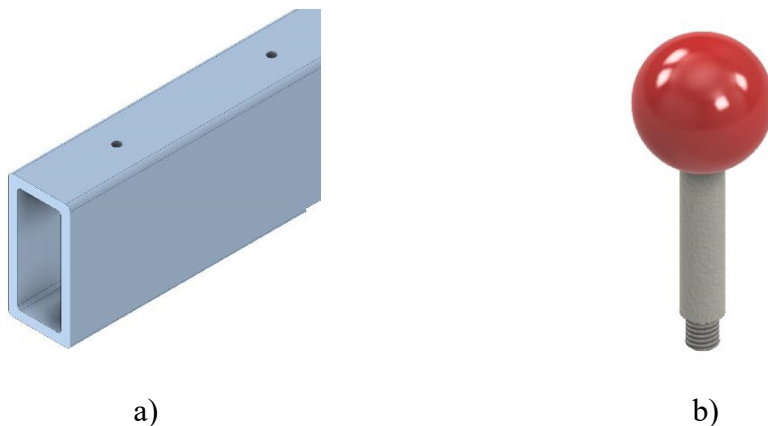
realizovány do podoby kuliček. Odzkoušení a ověření rozměrové kompatibility proběhne pouze na Zeiss UPMC Carat 850 [38].



Obr. 28: Rameno Römer Absolute Arm umístěné na ÚVSSR VUT [39].

6.3.1 Návrh Maxi etalonu

Základnu Maxi etalonu by měl tvořit polotovár ve tvaru trubky uzavřeného obdélníkového profilu, tzv. jáklu. Aby byla zajištěna požadovaná rozteč, byla navržena délka jáklu alespoň o hodnotě 1,1 m. Pro snímání prvků dotykovou sondou bylo doporučeno využít koule o průměru 19 mm a 25 mm. Nabyté koule, přes firmu Renishaw, byly umístěny na tzv. dřík, jenž je zakončen závitem M6 o délce funkční plochy 6 mm, viz obr. 29 b). Pro využití plného potenciálu této funkční plochy byl vyhledán jákl o minimálně tloušťce právě 6 mm. Polotovár byl zakoupen v akciové společnosti Ferona, ve které jsou na základě požadované tloušťky dostupné jákly s obdélníkovým profilem o rozměrech (80 × 40) mm, viz obr 29 a). Díky vzniklému závitovému spoji lze velikost zmíněné rozteče upravovat v závislosti na počtu vytvořených závitových děr. Těch je plánováno celkem 11. Všechny by měly být rozmístěny se vzájemnou 100 mm roztečí na jedné z ušších ploch profilu [40, 41].



Obr. 29: 3D modely: a) základny, b) kalibrační koule s dříkem.

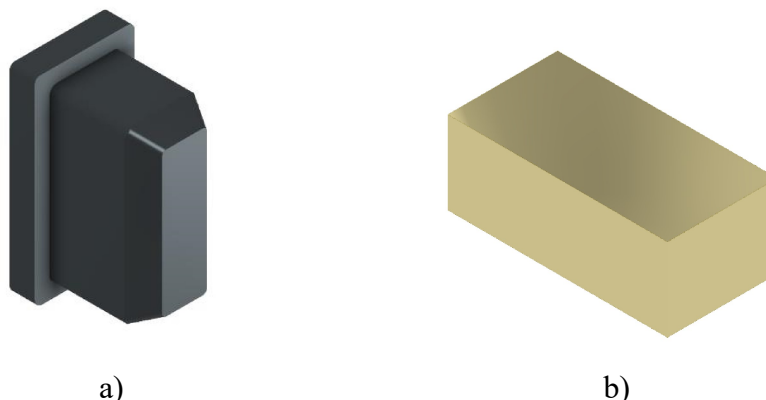
Boční upínání základny, resp. ustanovení Maxi etalonu v ose z, bylo vyřešeno vytvořením bočnic (obr. 30 a), které by měly být napevno připojeny k základně. Dále na základě požadavku byly navrženy pokládací patky ve formě jednoduchých plechů ve tvaru profilu jáklu o tloušťce 30 mm, viz obr. 30 b). Hodnota rozteče patek (634,7 mm) byla vypočtena na základě vzorce Airyho bodů [42]:

$$a_A = 0,577 \cdot l, \quad (1)$$

kde:

a_A je výsledná rozteč Airyho bodů,

l je celková délka součásti.



Obr. 30: 3D modely: a) bočnice, b) patky.

Kvůli jednoduchému podpěru základny na dvou místech pomocí patek je nutné aplikovat vzorec (4.1) pro zjištění ideální hodnoty rozteče, díky které bude ohyb pod vlastní vahou základny minimální. V praxi existují dvě volby vzdáleností těchto dvou bodů, které tuto deformaci řídí. Airyho body jsou běžně používány k zajištění vzájemné rovnoběžnosti konců normálu délky. Díky tomu lze délku dobře definovat. Druhou možností je využití Besselyho bodů, které minimalizují změny v normálu délky. Tato varianta je spíše užitečná při používání dlouhého mikrometrického odpichu. Pro porovnání přikládám také vzorec Besselyho bodů [42]:

$$a_B = 0,559 \cdot l, \quad (2)$$

kde:

a_B je výsledná rozteč Besselyho bodů,

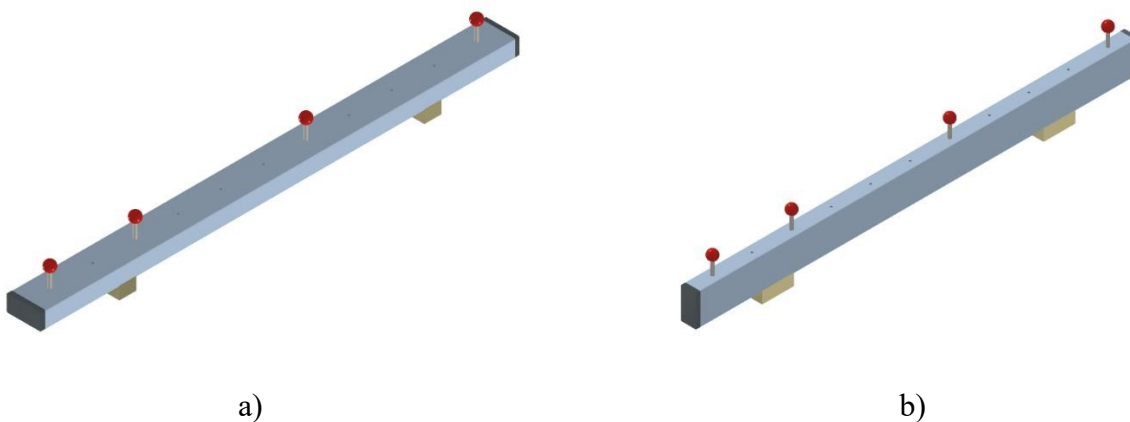
l je celková délka součásti.

Tab. 2: Přehled materiálů kuliček a dřívků užívaných v mikro a nanometrologii [43].

Materiál	Složení	Čistota	Hustota	Tvrдость	Pevnost v tlaku	Pevnost v ohybu	Lomová houževnatost K1c	Koeficient roztažnosti při 25 °C
-	(wt %)	(%)	(g/cm ³)	HV	(MPa)	(MPa)	(MN/m ^{3/2})	1/°C
Syntetický monokrystal rubínu	99 % Al ₂ O ₃	99,9	3,9	2300	2100	400-700	1	4,5x10 ⁻⁶
Nitrid křemíku	Si ₃ N ₄	90	3-3,2	1600	3000	850	6	3,2x10 ⁻⁶
Oxid zirkoničitý	ZrO ₂	90-95	6,05	1200	2000	1000	10	10,5x10 ⁻⁶
Keramika na bázi oxidu hlinitého	Al ₂ O ₃	99,8	3,8-3,9	1900	2500	350	3,5	8,1x10 ⁻⁶
Nerezová ocel	-	-	8	450	-	-	-	16x10 ⁻⁶
Karbid wolframu	92-93,5 % Wc 6,5-8 % Co	99,9	15	1550	6000	-	-	5x10 ⁻⁶
Hliníková slitina	95,2-98,3 % Al	-	2,7	95	-	-	-	-

Z hlediska měřících rozměrů nejsou u Maxi etalonu tak velké nároky na měření, tudíž místo rubínu, nitridu křemíku či zirkonu byl materiálem koulí a dřívku zvolen v požadované velikosti dostupnější a levnější karbid wolframu. Karbid wolframu je tvrdokov vyznačující se zejména vysokou tuhostí v porovnání s minimální velikostí snímaných prvků. Pro zpětné porovnání zvolených materiálů snímaných prvků přikládám přehled jejich důležitých vlastností, viz tab. 2 [43].

V této tabulce pocházející od firmy Renishaw si lze mimo jiné povšimnout řádku s nerezovou ocelí. Odtud vznikla inspirace pro volbu materiálu, který by měl tvořit Maxi etalon z větší části. Z oceli by měly být vytvořeny především patky, bočnice a samotná základna. Konkrétně byla zvolena legovaná austenitická ocel stabilizovaná titanem s označením 1.4541, popř. X10CrNiTi 18-9. Ocel se vyznačuje především skvělou korozivzdorností a obrobitelností. Díky nízkému obsahu uhlíku disponuje také vynikající svařitelností [43, 44].



Obr. 31: 3D model sestavy Maxi etalonu: a) původní návrh, b) realizovaný návrh.

V rámci kompletace bylo prvně zamýšleno snímané koule umístit na širší plochu profilu jáklu (obr. 31 a), z toho vesměs okamžitě sešlo z důvodu potenciálního vzniku většího průhybu při uložení základny na vytvořené patky. Výsledný návrh Maxi etalonu si lze prohlédnout na obr. 31 b).

6.3.2 Výroba a odzkoušení Maxi etalonu

Na začátku výroby bude nutné upravit nakoupené polotovary do podoby navržených součástí sestavy. Nejdříve by mělo být vyvrtáno do základny 11 závitových děr. Posléze budou v nspecifikovaném CNC obráběcím centru do základny vyfrézovány dvě tvarové plochy o hloubce 3 mm. Na tyto plochy poté dosednou nastříhané a obroušené plechové patky, které budou po obou svých kratších stranách k základně svařeny koutovým svarem. Dle návrhu obrobené a zabroušené bočnice se následně zalisují do obou konců jáklu. Do takto vytvořeného etalonu lze poté libovolně zašroubovávat dřívky se snímatelnými koulemi o průměrech 19 mm a 25 mm s možností pozdějšího nastavení jejich vzájemné rozteče. Přesné rozměry jsou k nalezení u výkresů v příloze B.

Výroba a odzkoušení na přístroji Zeiss UPMC Carat 850 nebyly kvůli časovému presu bohužel vykonány. Soubor ověřovacích měření Maxi etalonu na přístroji Zeiss UPMC Carat 850 bude primárně zaměřen na jednotlivé průměry koulí a sekundárně na různorodé rozteče středů těchto koulí.

7 ZAJIŠTĚNÍ KALIBRACE NANO ETALONU

Jak bylo zmíněno v předcházející kapitole (kap. 6), pro nano-CT Rigaku nano3DX bylo nutné vytvořit dva velikostně odlišné etalony, které by společně pokrývali celý rozsah zorného pole tohoto přístroje. Vzhledem k zadání tématu závěrečné práce a skutečnosti, že etalon pro zorné pole ($5,6 \times 7,2$) mm byl již úspěšně vytvořen a ověřen, je zbytek této práce zaměřen především na druhý etalon určený pro zorné pole ($0,7 \times 0,9$) mm, tedy Nano etalon. Zajištění kalibrace Nano etalonu probíhalo na přístroji SIOS NMM-1 v několika krocích, jež jsou v této kapitole popsány.

Nejdříve musela být vybrána adekvátní metoda pro měření a následné stanovení nejistoty měření hmotného etalonu. Po volbě metody musel být dle stanovených podmínek normou a výrobcem CMM připraven měřicí prostor. Po nastavení příslušného nano-CMM došlo závěrem k požadovanému měření. Výstupem byly opakovaně naměřené hodnoty, jež reprezentují požadované kalibrované zkušební délky, které budou z části sloužit ke kalibraci přístroje Rigaku nano3DX umístěného v CEITEC Brno. Veškeré úkony spjaté s přístrojem SIOS NMM-1, jež jsou v této kapitole zmíněny, byly vykonány pracovníky ČMI Brno.

7.1 Volba metody měření na přístroji SIOS NMM-1

Hlavním cílem při ověřování Nano etalonu je stanovení jeho přesných kalibrovaných rozměrů. V našem případě se jedná o kalibrovanou zkušební délku, jež primárně reprezentuje vzdálenost středů dvou rubínových kuliček o průměru 0,3 mm. Sekundárně se měří dané průměry kuliček. S naměřenými rozměry ovšem souvisí také stanovení nejistoty měření. Před zahájením jakékoli činnosti bylo nutné zvolit adekvátní metodu stanovení nejistoty měření, a to především z důvodu vzájemné návaznosti následujících kroků.

Na výběr byly metody, které se běžně uplatňují pro stanovení nejistoty měření u CMM. Metody bývají většinou vyvíjeny a testovány v laboratorních podmínkách, ovšem jejich uplatnění v průmyslu je nemálo významné. Metody lze navíc plně modifikovat pro aplikaci na kterémkoli typu nano-CMM. Mezi tyto metody patří [7]:

- metoda Monte Carlo,
- metoda multipoziční,
- metoda substituční.

7.1.1 Substituční metoda

Z předcházejícího výčtu byla upřednostněna právě substituční metoda zejména z důvodu úspory času při měření. Tato experimentální metoda je na rozdíl od metody multipoziční založena na stanovení nejistoty měřeného objektu prostřednictvím objektu referenčního, resp. etalonu. Principem metody je na základě statisticky vyhodnocených hodnot, naměřených u obou těchto objektů, určení účinků chyb ve formě odchylek od nominálních rozměrů. Tedy stanovení velikosti chyby, která se může při měření vyskytnout [7].

Díky takto stanovené referenci není poté potřeba vykonávat u měřeného objektu komplexní měření spočívající ve velkém množství bodů dotyku se sondou. Prostřednictvím této metody je nejistota stanovena a vypočtena v následující kapitole (kap. 8). Podrobnější informace lze nalézt v normě ČSN EN ISO 15530:2012 [45].

7.1.2 Podmínky měření na nano-CMM dle substituční metody

Při měření a stanovení nejistoty prostřednictvím substituční metody musely být splněny provozní a enviromentální podmínky odpovídající požadavkům výrobce SIOS NMM-1. V rámci dodržení postupu měření dle substituční metody se taktéž dodržují podmínky obsažené v normě ČSN EN ISO 15530:2012. Obecně je požadováno [7, 45]:

- zachování podobnosti, především podobnosti rozměru a geometrie měřeného objektu s etalonem,
- zachování enviromentálních podmínek,
- zachování funkčních vlastností, mezi které patří na příklad materiál nebo textura povrchu.

Vzhledem ke vzájemné podobnosti s Nano etalonem byla tímto etalonem zvolena rubínová kulička o průměru 2 mm.

Před a během měření je nutné dodržovat stejné okolní podmínky ovlivňující měření v nano měřítku, viz kap. 3.3.1. Především se jedná o teplotu, vlhkost, hluk a tlak. V případě okolních podmínek je ovšem vysoce pravděpodobné, že se při různých měřeních nezachovají zcela identické hodnoty z měření předcházejícího, proto je nutné dané změny brát v potaz[7].

Dle normy ČSN EN ISO 15530:2012 je při měření nutné zajistit dostatečný počet opakování. Je doporučeno přinejmenším 20 opakování, přičemž pro referenční kuličku o průměru 2 mm bylo z časových důvodů provedeno opakování 10. Také je nutné dodržovat a respektovat podmínky podobnosti postupu měření. Mezi tyto podmínky patří [7, 45]:

- použití stejného typu a druhu sondy,
- využití stejného nastavení sondy,
- systematické měnění polohy a orientace kalibrovaných objektů,
- zajištění stálosti měřených bodů, zejména zajištění stejného postupu měření.

Veškeré podmínky vypsané v této podkapitole byly z větší části splněny.

7.2 Nastavení přístroje SIOS NMM-1

Před každým měřením nové součásti je nutné provést sérii úkonů sloužící k nastavení přístroje a minimalizaci pravděpodobnosti výskytu nechtěné dodatečné nejistoty měření. Jednotlivá nastavení lze v softwaru pro daný rozměr uložit, ovšem některé úkony je nutné opakovat při opětovném zapnutí přístroje, popř. při použití nové snímací sondy. V našem případě byla tato nastavení nejdříve aplikována dle zvolené substituční metody pro referenční rubínovou kuličku o průměru 2 mm, teprve poté pro Nano etalon [7].

V první řadě bylo nutné kalibrovat zvolenou dotykovou sondu Grannen XP. Kalibrace dotykové sondy se obvykle provádí ve třech fázích [7]:

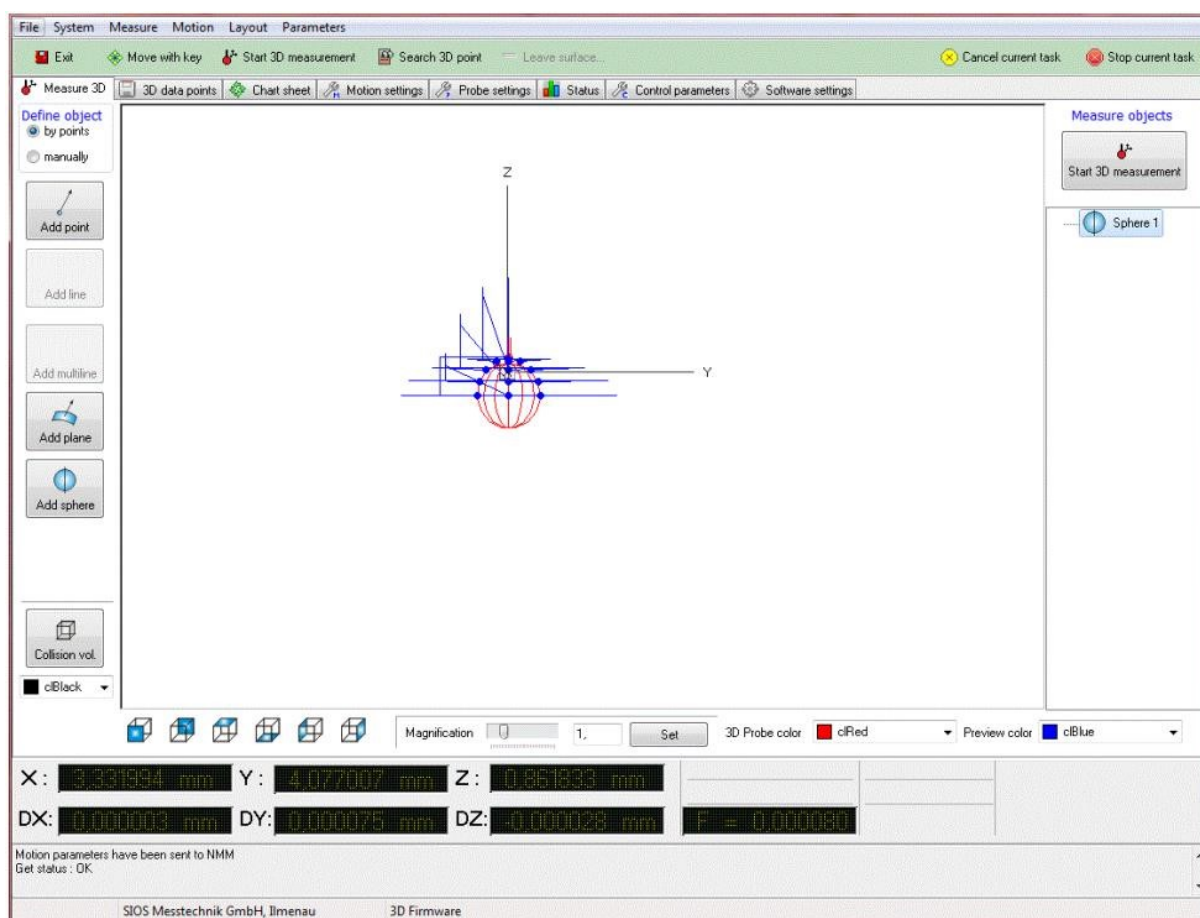
- fáze nastavování parametrů zvolené sondy (rozměr snímací kuličky, snímací síly atd.),
- fáze manuální – postupné najíždění objektu k dotykové sondě alespoň v pěti různých polohách,
- fáze automatická – druhá fáze se opakuje, ovšem bez manuálního zásahu, tedy pouze automaticky.

V druhé řadě bylo nutné nastavit parametry rychlosti při měření, mezi které patří na příklad rychlost při najíždění k měřenému bodu nebo rychlost přesunu mezi zvolenými

polohami. Pro každý typ pohybu lze zvolit jednu ze tří možných úrovní pojezdových rychlostí. K docílení efektivního měření je obecně výhodné zvolit vyšší hodnoty rychlosti při přesunu měřeného objektu mezi vybranými polohami. Na druhé straně, při najíždění měřeného objektu k dotykové sondě se kvůli zamezení poškození měřeného objektu nebo sondy volí hodnoty rychlosti nižší. Dalším důvodem je vyšší přesnost při dotyku těchto prvků [7].

Závěrem bylo nutné definovat polohu a charakteristiky měřeného objektu. V našem případě se jednalo o tvarově jednoduché objekty, tedy koule, tudíž stačilo definovat pouze polohu středu koule a jejich poloměry. Obecně je měřené objekty možné definovat také plochou, křivkou nebo jednotlivými body [7].

Na obr. 32 lze vidět zobrazení 2 mm kuličky po zadání všech potřebných charakteristik. V přiloženém okně programu je zobrazena celá kulička včetně její vzdálenosti od sondy. Toto zobrazení měřeného objektu se z pravidla porovnává a ověřuje se skutečnou polohou objektu pro případ, že by charakteristiky nebyly zadány správně [7].



Obr. 32: Zobrazení měřené kuličky včetně její polohy vůči sondě v programu SIOS NMM-1 [7].

Po nastavení přístroje SIOS NM-1 prostřednictvím výše zmíněných úkonů je možné přejít k samotnému měření.

7.3 Měření na přístroji SIOS NMM-1

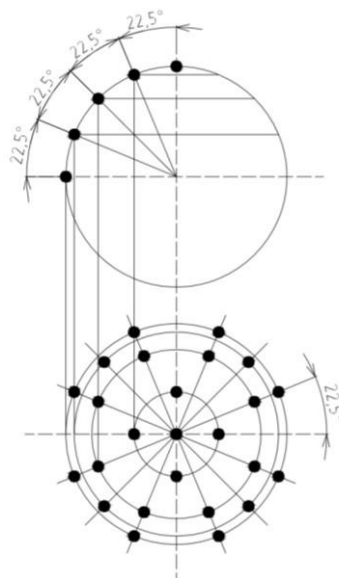
Před měřením bylo nutné zajistit teplotní rovnováhu mezi Nano etalonem, referenční 2 mm kuličkou a daným přístrojem. Toho bylo docíleno ponecháním všech tří objektů přes noc

v příslušné laboratoři, kde jsou parametry okolních podmínek udržovány v přijatelných mezích v rámci měření na nano-CMM. Před měřením se pracovníci ČMI ještě ujistili, zda mají zapnuty u přístroje korekci chyb. V rámci stanovených podmínek měření byla využita již zmíněná dotyková sonda snímacího systému Grannen XP o 0,12 mm průměru rubínové kuličky. Průběh měření se spolu se stanovenými podmínkami měření z kap. 7.1.2 řídí také dle 5. části normy ČSN EN ISO 10360:2010. Ta se zabývá popisem zkoušek u CMM, jež používají snímací systém s jednotlivým či složeným snímacím dotekem [46].

7.3.1 Měření referenční kuličky o průměru 2 mm

Měření probíhalo v několika krocích, jejichž cílem bylo nastavení měřicího cyklu, resp. postupu a způsobu, podle kterého přístroj vykonával nastavené příkazy. Prvním krokem byla volba parametrů měření specifických pro konkrétní objekt. Druhým krokem byla volba rozmístění měřených bodů. Na výběr byly varianty koule, křivky, popř. plochy. Vzhledem k podobnosti obou měřených součástí byly navoleny parametry pro kouli. Následovala volba strategie měření, v rámci které se určoval konkrétní počet a rozmístění měřených bodů. U referenční kuličky o průměru 2 mm, bylo dle normy ČSN EN ISO 10360-5:2010 zvoleno 25 bodů doteku. U koule se měřené body vztahují vždy k horní polokouli. Přesná poloha těchto bodů je upřesněna následujícím popisem a obr. 33 [7, 17, 47]:

- výchozí bod na pólu vrchní polokoule,
- 4 rovnoměrně rozložené body $22,5^\circ$ přímo pod pólem,
- 8 rovnoměrně rozložených bodů 45° pod pólem s $22,5^\circ$ odchylkou vůči předchozí skupině,
- 4 rovnoměrně rozložené body $67,5^\circ$ pod pólem s $22,5^\circ$ odchylkou vůči předchozí skupině,
- 8 rovnoměrně rozložených bodů na rovníku s $22,5^\circ$ odchylkou vůči předchozí skupině.

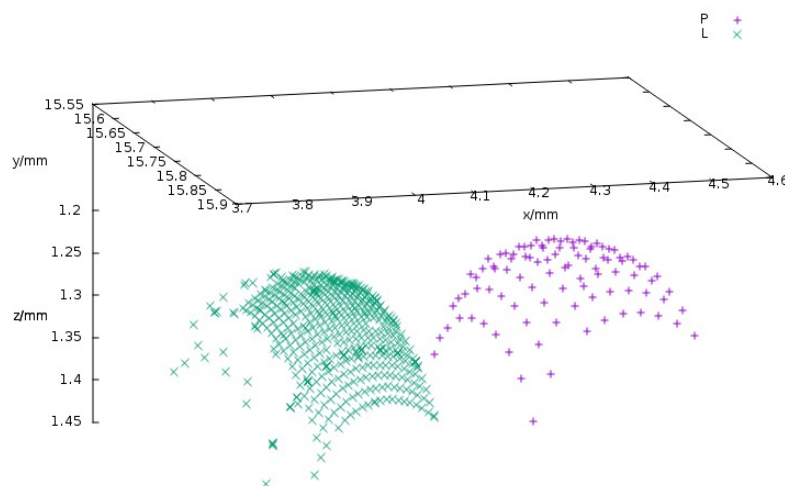


Obr. 33: Strategie rozmístění bodů doteku dle příslušné normy [35].

Posledním krokem byla volba bezpečných vzdáleností a rychlostí při přesunu měřeného objektu mezi jednotlivými polohami. Zejména se volí rychlost najíždění k měřenému bodu. Závěrem proběhla kontrola celého cyklu měření, tedy kontrola jednotlivých kroků a jejich posloupnost provedení [7].

7.3.2 Měření Nano etalonu

Měření Nano etalonu probíhalo dle zmíněných podmínek obdobným způsobem jako tomu bylo u referenční kuličky. Hlavním rozdílem byl počet a vzájemné rozmístění bodů doteku sondy s Nano etalonem. Celkem bylo sejmuto 360 bodů, viz obr. 34. Body bohužel nejsou rovnoměrně rozloženy na pláštích vrchních polokoulí z důvodu snahy a následného neúspěchu se dostat se sondou mezi dané kuličky. Již z kapitoly pojednávající o zkoušení rozměrové kompatibility Nano etalonu vyšlo najevo, že měřený prostor je pro dotykovou sondu nedostačující (kap. 6.1.4). Každé měření bylo provedeno 10krát.



Obr. 34: Sken bodů doteku u Nano etalonu.

7.3.3 Výsledky měření

I přes nedodržení podobnosti rozmístění bodů doteku, zejména v oblasti rovniku kuliček, byly naměřeny na pohled uspokojivé hodnoty. Věrohodnost těchto dat je ovšem vzhledem ke zmíněným komplikacím během měření diskutabilní. Naměřené hodnoty průměry kuliček a vzdálenosti jejich středů jsou vypsány v tab. 3.

Tab. 3: Naměřené hodnoty charakterizující Nano etalon.

Číslo měření	Průměr levé kuličky [mm]	Průměr pravé kuličky [mm]	Výsledná rozteč [mm]
1	0,300050	0,300075	0,447000
2	0,300110	0,300078	0,447050
3	0,300080	0,300028	0,446987
4	0,300060	0,300012	0,447220
5	0,300075	0,300050	0,447357
6	0,300078	0,300110	0,447080
7	0,300028	0,300034	0,446896
8	0,300012	0,300043	0,447015
9	0,300034	0,300060	0,447069
10	0,300043	0,300075	0,447147

V rámci kontroly došlo k přeměření průměrů jednotlivých kuliček délkoměrem SIP 1002M a laserinterferometrem Renishaw XL80. Přehled aritmetických průměrů a směrodatných odchylek naměřených hodnot je k vidění v tab. 4. V porovnání s výsledky měření na přístroji SIOS NMM-1, jejichž postupy výpočtu jsou obsaženy v příloze D, lze považovat prvotně naměřené hodnoty za spolehlivé.

Tab. 4: Porovnání naměřených hodnot průměrů obou kuliček na daných přístrojích.

Přístroj	Aritmetický průměr [nm]		Směrodatná odchylka [nm]	
	Levá kulička	Pravá kulička	Levá kulička	Pravá kulička
SIOS NMM-1	300 057	300 056	9,2	9,2
SIP 1002M+XL80	300 014	300 021	2,8	6,9

7.4 Měření na přístroji Rigaku nano3DX

Vzhledem k tomu, že Rigaku nano3DX je cílový přístroj, pro který byl Nano etalon vytvořen, bude měření, resp. ověřování rozměrové kompatibility prováděno také na něm. V průběhu psaní této závěrečné práce nebylo z důvodu omezení vzniklého vyhlášením pandemie virové choroby covid-19 toto měření uskutečněno, ovšem při předpokladu výskytu pochybností směrem k naměřeným hodnotám bude s největší pravděpodobností doporučeno opětovné vyrobení Nano etalonu a jeho opětovné ověření na přístroji SIOS NMM-1. Jakmile bude Nano etalon plně vyhovovat požadavkům měření na SIOS NMM-1 a výsledné naměřené hodnoty budou uspokojivé, bude předán pracovníkům CEITEC Brno, kteří ověří jeho rozměry na Rigaku nano3DX. Měření na přístroji Rigaku nano3DX by mělo probíhat stejným způsobem, který je popsán v závěrečné práci pana Ing. Česka.

8 STANOVENÍ NEJISTOTY MĚŘENÍ NANO ETALONU

Nejistota měření Nano etalonu se stanoví na základě naměřených hodnot uvedených v předchozí kapitole (kap. 7.3.3). V této kapitole se stanoví zejména obecný postup výpočtu nejistoty měření, jež se přímo aplikuje pro naměřené hodnoty rozteče daných kuliček. V příloze D lze poté dohledat výpočty pro jednotlivé průměry těchto kuliček.

Kromě naměřených hodnot je nutné pro výpočet znát i další údaje dohledatelné v kalibračních listech, popř. technické dokumentaci přístroje SIOS NMM-1.

8.1 Výpočet nejistoty měření rozteče kuliček Nano etalonu substituční metodou

Volba substituční metody se u stanovení nejistoty měření odráží zejména u dílčích nejistot typu B. Po konzultaci s vedoucím závěrečné práce, panem Ing. Šrámkem Janem, Ph.D.; byly po vzoru normy ČSN EN ISO 15530-3:2012 do výpočtu nejistoty měření kalibrovaných délek Nano etalonu zahrnuty následující složky [48]:

- nejistota typu A
- vliv kalibrace etalonu (referenční kuličky),
- vliv rozlišovací schopnosti přístroje SIOS NMM-1,
- vliv rozdílu teplot etalonového a kalibrovaného předmětu,
- vliv odchylky teploty od 20 °C.

Přesnost měřicí sondy Grannen XP byla řešena v závěrečné práci pana Ing. Brlici. Na základě jeho doporučení vycházející z výsledků jeho práce byla zakoupena dotyková rubínová kulička o průměru 0,12 mm, jejíž přírůstek do nejistoty typu B je minimální, tudíž byla v této práci zanedbána.

8.1.1 Standartní nejistota typu A

Standartní nejistota typu A vychází ze statistické analýzy vzniklé opakovaným měřením příslušných hodnot. Díky dodržení stálých podmínek při měření lze očekávat patrné rozptýlení těchto hodnot. Standartní nejistota typu A je dána výpočtem aritmetického průměru dle vztahu č. 3, následovaný výpočtem výběrové směrodatné odchylky dle vztahu č. 4. Vzorec pro aritmetický průměr je [7]:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i, \quad (3)$$

kde:

\bar{x} je aritmetický průměr [nm],

n je počet opakovaných měření [-],

x_i jsou konkrétní naměřené hodnoty [nm].

Výpočet aritmetického průměru:

$$\bar{x} = \frac{1}{10} (446\,896 + \dots + 447\,357) = 447\,082,1 \text{ nm} \quad (3)$$

Vzorec pro výběrovou směrodatnou odchylku [7]:

$$U_A = s(\bar{x}) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}, \quad (4)$$

kde:

U_A je standardní nejistota typu A [nm],

$s(\bar{x})$ je výběrová směrodatná odchylka [nm].

Výpočet výběrové směrodatné odchylky:

$$\begin{aligned} U_A = s(\bar{x}) &= \\ &= \sqrt{\frac{1}{10(10-1)} ((446\,896 - 447\,082,1)^2 + \dots + (447\,357 - 447\,082,1)^2)} \quad (4) \\ &= 41,4 \text{ nm} \end{aligned}$$

Obecně je doporučováno dělat alespoň 10 opakování měření, aby nebylo nutné rozšiřovat standardní nejistotu typu A o koeficient k_s dle vztahu [7]:

$$u_A = k_s \cdot s(\bar{x}) \quad (5)$$

V našem případě bylo provedeno přesně 10 opakování měření, tudíž pro tento koeficient platí: $k_s = 1$. V případě nižšího výběru hodnot se hodnota k_s určuje dle Studentova rozdělení [7].

8.1.2 Vliv kalibrace použitého etalonu

Jedná se o dílčí nejistotu typu B, jež zahrnuje vliv použitého etalonu a jeho nejistoty měření. V našem případě se konkrétně jedná o již několikrát zmíněnou referenční rubínovou kuličku o průměru 2 mm. Složka je založena především na účinku rozšířené nejistoty měření referenční kuličkou, kterou lze dohledat v kalibračním listu (6033-KL-F0347-15). Daný kalibrační list je duševním majetkem ČMI Brno a nelze ho v této práci publikovat. Dle příslušného dokumentu se rozšířená nejistota referenční kuličky stanoví vztahem [7]:

$$U_{cal} = (0,1 + 0,5L), \quad (6)$$

kde:

U_{cal} je rozšířená nejistota referenční kuličky [μm],

L je měřená délka [m].

Výpočet rozšířené nejistoty referenční kuličky:

$$U_{cal} = (0,1 + 0,5 \cdot 0,000437) = 0,1002 \mu\text{m} = 100,2 \text{ nm} \quad (6)$$

Předchozí vztah byl stanoven dle příslušného kalibračního listu přímo pro koeficient rozšíření $k = 2$. Následující vztah reprezentuje standardní nejistotu referenční kuličky [7]:

$$u_{cal} = \frac{U_{cal}}{k}, \quad (7)$$

kde u_{cal} je standardní nejistota referenční kuličky [μm].

Výpočet standardní nejistoty referenční kuličky:

$$u_{cal} = \frac{0,1002}{2} = 0,0501 \mu\text{m} = 50,1 \text{ nm} \quad (7)$$

8.1.3 Vliv rozlišovací schopnosti daného přístroje

Tato dílčí nejistota typu B zahrnuje standartní nejistotu rozlišení přístroje SIOS NMM-1. Nejistota se udána následujícím vztahem [7]:

$$u_{res} = \frac{R_{NMM}}{\chi}, \quad (8)$$

kde:

u_{res} je standartní nejistota rozlišení přístroje SIOS NMM-1 [nm],

R_{NMM} je hodnota rozlišení přístroje SIOS NMM-1 (obecně udává výrobce stroje) [nm],

χ je rovnoměrné pravděpodobnostní rozdělení [-].

Výpočet standartní nejistoty rozlišení přístroje SIOS NMM-1:

$$u_{res} = \frac{10 \text{ nm}}{\sqrt{3}} = 5,8 \text{ nm} \quad (8)$$

8.1.4 Vliv rozdílu teplot etalonu a kalibrovaného předmětu

Jedná se o dílčí nejistotu typu B reprezentující vliv rozdílu teplotního působení na referenční kuličku a Nano etalon při měření. Standartní nejistota rozdílu teplot je dána vztahem [7]:

$$U_{tr} = \frac{|t_1 - t_2|}{\chi}, \quad (9)$$

kde:

U_{tr} je standartní nejistota rozdílu teplot referenční kuličky a Nano etalonu [°C],

t_1 je teplota Nano etalonu [°C],

t_2 je teplota referenční kuličky [°C].

Výpočet standartní nejistoty rozdílu teplot:

$$U_{tr} = \frac{0,19}{\sqrt{3}} = 0,1097 \text{ °C} \quad (9)$$

Výsledná hodnota dané standartní nejistoty se poté ještě rozšiřuje citlivostním koeficientem, kde $k_{c1} = 0,0029 \text{ } \mu\text{m}/\text{°C}$. Průměrnou hodnotu tohoto koeficientu lze najít v kalibračním listu referenční kuličky. Výpočet proběhl dle vztahu:

$$u_{tr} = k_{c1} \cdot U_{tr} = 0,0029 \cdot 0,1097 = 0,0003 \text{ } \mu\text{m} = 0,3 \text{ nm} \quad (10)$$

8.1.5 Vliv odchylky teploty od 20 °C

Jedná se o dílčí nejistotu typu B reprezentující vliv okolní teploty při měření na velikost referenční kuličky a Nano etalonu. Standartní nejistota odchylky teploty od 20 °C se vypočte dle vztahu [7]:

$$U_{t20} = \frac{|\alpha_1 - \alpha_2|}{\chi} \cdot \frac{|t - 20|}{\chi}, \quad (11)$$

kde:

U_{t20} je standartní nejistota odchylky teploty od 20 °C [μm],

α_1 je koeficient teplotní roztažnosti Nano etalonu [$\mu\text{m}/\text{m}^\circ\text{C}$],

α_2 je koeficient teplotní roztažnosti referenční kuličky [$\mu\text{m}/\text{m}^\circ\text{C}$],

t je hodnota okolní teploty [°C].

Výpočet standardní nejistoty odchylky teploty od 20 °C:

$$U_{t20} = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \frac{0,2}{\sqrt{3}} = 0,1333 \mu\text{m} = 133,3 \text{ nm} \quad (11)$$

Výsledná hodnota dané standardní nejistoty se poté ještě rozšiřuje citlivostním koeficientem, kde $k_{c2} = L = 0,000447 \text{ m}$. Výpočet proběhl dle vztahu [7]:

$$u_{t20} = k_{c2} \cdot U_{t20} = 0,000447 \cdot 0,13333 = 0,0596 \text{ nm} \quad (12)$$

8.1.6 Výpočet nejistoty měření Nano etalonu pomocí substituční metody

Celková nejistota typu B rozteče Nano etalonu se vypočetla dle následujícího vzorce, kde u_{t20} celkovou nejistotu reprezentuje [7]:

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_{cal}^2 + u_{res}^2 + u_{tr}^2 + u_{t20}^2} \quad (13)$$

Výpočet nejistoty měření Nano etalonu:

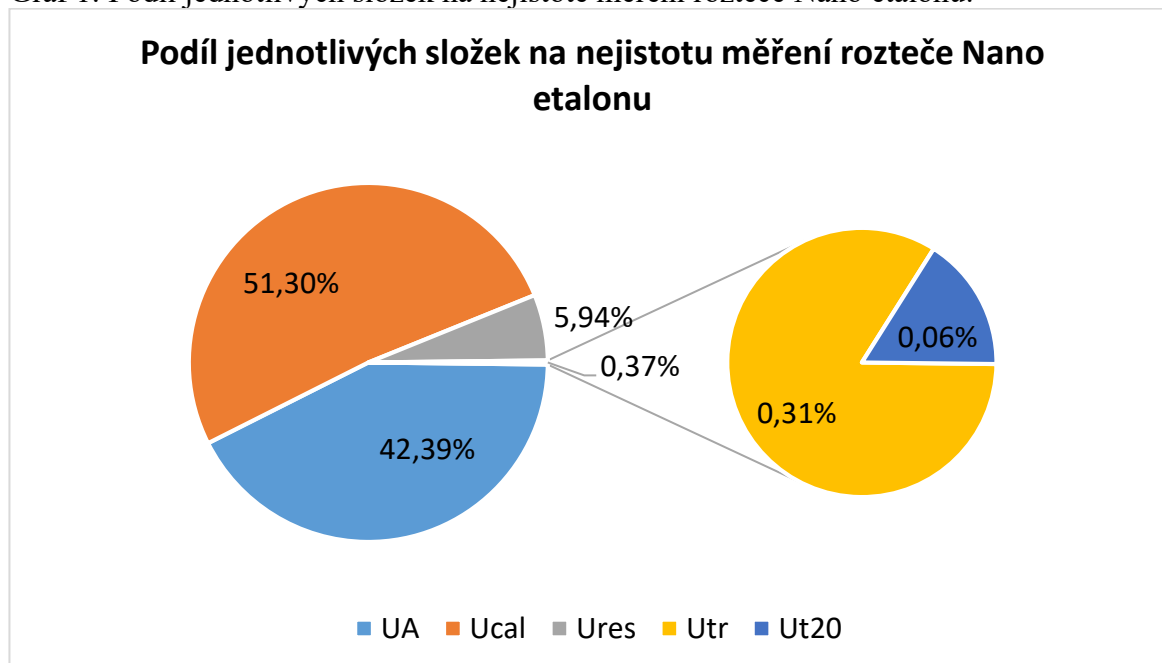
$$u_c = \sqrt{41,4^2 + 50,1^2 + 5,8^2 + 0,3^2 + 0,0596^2} = 65,2 \text{ nm} \quad (13)$$

Závěrem se spočte rozšířená nejistota měření rozteče Nano etalonu pomocí koeficientu rozšíření, kde na základě pravděpodobnostního pokrytí přibližně 95 % je $k = 2$. Výsledná rozšířená nejistota měření rozteče Nano etalonu je dána vztahem [7]:

$$u = k \cdot u_c = 2 \cdot 65,2 = 130,4 \text{ nm} \quad (14)$$

8.2 Diskuze ke konečnému výsledku

Graf 1: Podíl jednotlivých složek na nejistotě měření rozteče Nano etalonu.



Výsledná nejistota měření rozteče Nano etalonu je rovna 130,4 nm. Podíl jednotlivých složek lze spatřit v grafu č. 1, ve kterém největší zastoupení má standardní nejistota A a nejistota kalibrace použitého etalonu, tedy referenční kuličky o průměru 2 mm. Třetí podstatnou složkou je nejistota rozlišovací schopnosti přístroje Rigaku nano 3DX. Zbytek dílčích nejistot lze svým podílem považovat v rámci uvažované velikosti měřené délky za zanedbatelné. Samostatné

výsledky měření a výpočtu ovšem můžeme považovat za uspokojivé. Hodnota kalibrované zkušební délky Nano etalonu je rovna:

$$x = (447,08 \pm 0,13) \mu\text{m} \quad (15)$$

V případě zájmu o snížení nejistoty měření se jeví možnost výběru referenční kuličky o menším průměru. Je ovšem nutné dbát na velikostní poměr snímané kuličky a snímací kuličky sondy. Díky velikostní podobnosti těchto kuliček by mohlo docházet k odchýlkám při měření a následnému vzniku systematické chyby, která by znatelně zkreslila konečný výsledek. Více se lze dočíst v závěrečné práci pana Ing. Brlici [7].

V příloze D lze nalézt postup výpočtu nejistot měření průměrů jednotlivých kuliček. Daný postup se v porovnání s postupem výpočtu nejistoty měření rozteče těchto kuliček nemění. Jak je z výsledků patrné, vypočtené nejistoty dosahují ovšem nižších hodnot:

$$y = (300,06 \pm 0,10) \mu\text{m}; \quad (16)$$

$$z = (300,06 \pm 0,10) \mu\text{m} \quad (17)$$

Důvodem je závislost rozptylu hodnot měřené rozteče na schopnosti dotykové sondy bezproblémově proniknout do prostoru mezi kuličkami. Zajištěním dostatečného prostoru lze tento rozptyl snížit, a tím docílit celkové snížení nejistoty typu A. Závěrem lze konstatovat, že umístěním kuliček do navržené vzdálenosti a výběrem referenční kuličky o nižším průměru by byla výsledná nejistota měřené rozteče razantně snížena.

9 VYHODNOCENÍ DOSAŽENÝCH VÝSLEDKŮ

Tato kapitola se zabývá stručným hodnocením vytvořených etalonů. Vzhledem k zadaným cílům této závěrečné práce je největší pozornost věnována zejména Nano etalonu, posléze Mikro a Maxi etalonu. Takto nastavená hierarchie odpovídá v této práci obsahovému zastoupení jednotlivých etalonů. Zatímco u Nano etalonu je podrobně sepsán kromě návrhu a výroby také postup zajištění kalibrace s následným výpočtem nejistoty měření kalibrované zkušební délky, u zbylých dvou etalonů je navržena pouze konstrukce a ověřena její rozměrová kompatibilita.

Návrh Nano etalonu byl převzat z práce pana Ing. Češka a na základě požadavků ze strany CEITEC Brno byla jeho původní verze přepracována. Původní konstrukce Nano etalonu nevyhovovala z důvodu překrývání se snímaných kuliček během projekce. I přes neplánovaný vzniklý zmenšený prostor mezi 0,3 mm kuličkami během výroby, bylo doporučeno kuličky oddálit do určité vzdálenosti způsobem, aby se nevyskytovaly na hranicích nejmenšího zorného pole přístroje Rigaku nano3DX – (0,7 × 0,9) mm. Původní průměrná naměřená hodnota rozteče kuliček byla 579,2 μm. Vzhledem k faktu, že se kalibrace Nano etalonu zajišťuje na přístroji SIOS NMM-1, nebylo možné požadavku na snížení vzdálenosti mezi kuličkami vyhovět. Důvodem je velikost dotykové kuličky o průměru 0,12 mm snímací sondy Grannen XP. V rámci zamezení poškození jednotlivých prvků při vzájemném doteku bylo doporučeno stanovit rozteč kuliček minimálně v hodnotě 0,62 mm, tj. zajištění manipulačního prostoru pro dotykovou sondu o hodnotě 0,32 mm. Bohužel vzhledem k náročnosti výroby v tak malém měřítku se opět nepodařilo stanovený rozměr dodržet. Zamezení překrývání projekce bylo zajištěno umístěním kuliček na zešíkmenou plochu tyčinky. Původní materiály byly zachovány. Kuličky jsou tvořeny ze syntetického rubínu a tyčinka, na kterou jsou fixovány epoxidovým lepidlem, z uhlíkových vláken.

I přes komplikace vzniklé výrobou byl soubor ověřovacích měření na přístroji SIOS NMM-1 proveden. I přes nemožnost průniku sondy mezi kuličky byla naměřena uspokojivá data. Primárně byly měřeny průměry jednotlivých kuliček a sekundárně jejich rozteč. Vypočtená nejistota měřené rozteče je vzhledem k naměřeným průměrným hodnotám akceptovatelná:

$$x = (447,08 \pm 0,13) \mu m \quad (15)$$

Věrohodnost získaných dat je ovšem kvůli omezeným možnostem pohybu sondy značně diskutabilní, tudíž z mé strany doporučuji nabyté výsledky práce přehodnotit a Nano etalon nechat znovu vyrobit způsobem, aby byl manipulační prostor pro danou sondu zajištěn. Po splnění těchto požadavků může být Nano etalon předán pro navazující měření pracovníkům CEITEC Brno.

Druhý návrh se týká Mikro etalonu. Původně navržená verze byla z důvodu nevyhovující konstrukce a volby materiálu destičky zamítnuta. Kvůli časové náročnosti návrh nové verze Mikro etalonu mou osobou nebyl možný. V rámci této závěrečné práce byl ovšem navržen funkční vzorek, který posloužil k ověření rozměrové kompatibility a mechanických vlastností. Mikro etalon měl být navržen způsobem, aby mohl být po splnění základního účelu i nadále využíván pro kalibraci přístrojů CMM metodou free-form. Tomuto požadavku se dařilo zatím vyhovovat. Během ověřování rozměrové kompatibility na přístroji Zeiss UPMC Carat 850 byly měřeny průměry kuliček s jejich vzájemnou roztečí. Naměřená data jsou uspokojivá,

lze si je prohlédnout v příloze C. Původní obavy z nevyhovujících mechanických vlastností destičky z uhlíkových vláken byly vyvráceny. Na základě výsledků měření vytvořeného funkčního vzorku Mikro etalonu doporučuji pokračovat v návrhu a následné výrobě Mikro etalonu, jež bude tvořen zmíněnými materiály.

Poslední návrh se týká Maxi etalonu. Nejkomplexnější z etalonů se vyznačuje svojí délkou přesahující 1 m. Již v rámci návrhu musel být zajištěn minimální průhyb jáklu při jeho uložení na dvě plechové patky. Toho bylo docíleno pomocí Airyho bodů. Boční upínání bylo zajištěno pomocí bočnic. Měření na přístroji je umožněno přes 25 mm koule vyrobené z karbidu wolframu. Tyto koule jsou fixovány ke dřívku, jež jsou zakončené závitem M6. Díky vyvrtání většího množství závitových děr do jáklu bude umožněna nastavitelnost snímané rozteče daných kuliček. Materiálem jáklu byla zvolena nerezová ocel X10CrNiTi 18-9. Výroba a soubor ověřovacích měření na přístroji Zeiss UPMC Carat 850 nebyly bohužel kvůli časového presu vykonány.

10 ZÁVĚR

Primárním cílem této diplomové práce je návrh vhodného etalonu pro kalibraci přístroje nano-CT Rigaku nano3DX umístěným v CEITEC Brno a následné zajištění návaznosti tohoto přístroje s měřicím zařízením SIOS NMM-1 umístěným na ČMI Brno. Sekundárně se práce zaměřuje na návrh etalonů zajišťujících návaznost mezi Zeiss UPMC Carat 850, SIOS NMM-1 a dalšími přístroji umístěnými na ÚVSSR VUT a CEITEC Brno.

Úvodní kapitola je z části věnována základním pojmům z oblasti metrologie. Jsou zde definovány pojmy úzce související s problematikou zajišťování návaznosti měřicích zařízení. V rámci zajištění návaznosti navazuje na toto téma podkapitola zabývající se národním metrologickým systémem a jeho spojitostí s akreditačním systémem ČR a příslušnými zahraničními organizacemi. Ke konci kapitoly se čtenář seznamuje s historií a principem rentgenové tomografie, a to jak v oblasti průmyslu, tak medicíny.

V následující kapitole je v obecném i konkrétním pojetí popsán současný stav XCT měřicí techniky. Konkrétní stav XCT techniky se vztahuje na zkušební laboratoř rentgenově výpočtové mikro a nano tomografie CEITEC Brno, odkud ve spolupráci s ČMI Brno vzešel požadavek na vytvoření etalonu, který bude plně vyhovovat nárokům měření na nano-CT Rigaku nano3DX a zajistí jeho uplatnění pro akreditovaná měření. Ze stejné spolupráce vzešly také požadavky na další dva zmíněné etalony. Tato závěrečná práce navazuje svým obsahem na činnosti panů Ing. Brlici a Ing. Česka, jejichž výsledky prací jsou ke konci 4. kapitoly rozebírány. První část závěrečné práce je zakončena popisem třech základních přístrojů tvořících v budoucnu požadovaný řetězec návaznosti. Jsou jimi přístroje Rigaku nano3DX, SIOS NMM-1 a Zeiss UPMC Carat 850.

Druhá část diplomové práce se zabývá návrhem, odzkoušením a výrobou všech tří etalonů, jež na základě měření kalibrované zkušební délky dostaly pracovní označení Nano, Mikro a Maxi. Nano etalon je určen pro zorné pole ($0,7 \times 0,9$) mm přístroje Rigaku nano3DX. Spolu s etalonem pro zorné pole ($5,6 \times 7,2$) mm, jež byl navržen panem Ing. Českem, má zajišťovat metrologickou návaznost zmíněného přístroje s přístrojem SIOS NMM-1. Nano etalon byl inspirován koncepty ball bar a ball plate. Myšlenkou kombinace těchto konceptů bylo umístění dvou rubínových kuliček o průměru 0,3 mm s roztečí o hodnotě 0,62 mm na vrchol tyčinky z uhlíkových vláken.

V průběhu psaní této práce se koncept Mikro etalonu párkrát změnil. Mikro etalon měl zajistit návaznost přístrojů SIOS NMM-1 a Zeiss UPMC Carat 850. Všechny verze byly navrženy způsobem, aby po splnění prvotního účelu plně vyhovovaly nárokům kalibrace ostatních CMM pomocí metody free-form. Kvůli omezení vzniklého vyhlášením pandemie virové choroby covid-19 nebyla nová verze Mikro etalonu navržena, natož vyrobena a rozměrově odzkoušena. Byl ovšem vytvořen funkční vzorek, který posloužil k ověření mechanických vlastností nově zvoleného materiálu destičky, kterým jsou uhlíková vlákna. Poslední návrh etalonu, tzv. Maxi etalon, má sloužit pro kalibraci přístroje Zeiss UPMC Carat 850 a pro zajištění jeho návaznosti s ramenem Römer umístěným na ÚVSSR VUT a sérií mikro-CT měřicích zařízení umístěných v laboratořích CEITEC Brno.

Třetí a zároveň poslední část diplomové práce se zabývá zajištěním kalibrace Nano etalonu na přístroji SIOS NMM-1 a stanovením nejistoty měření tohoto etalonu. Plán postupu se odvíjel od volby metody měření, kterou byla zvolena metoda substituční. Díky využití

referenčního etalonu v podobě rubínové kuličky o průměru 2 mm byla měřicí činnost znatelně ulehčena a výsledky mohly být včas v této práci prezentovány.

Z důvodu vzniklých komplikací při měření rozměrové kompatibility, které degradují jinak skvěle vyhlížející výsledky, bylo doporučeno vytvořený Nano etalon vyrobit znovu. Naopak výsledky měření funkčního vzorku Mikro etalonu se v průběhu psaní práce jeví příznivě, tudíž bylo doporučeno pokračovat v procesu vzniku nového návrhu. Maxi etalon bohužel nebyl vyroben, natož rozměrově ověřen. Každopádně návrh konstrukce tohoto etalonu byl ze strany ČMI Brno schválen.

Všechny cíle stanovené na základě požadavků vzniklých ze spolupráce CEITEC a ČMI Brno byly v této práci splněny. Diskutabilní mohou být cíle související s výrobou a následným ověřováním Nano etalonu, neboť ačkoli návrh plně vyhovuje požadavkům, realizovaný etalon z důvodu vzniklých nepřesností při výrobě nelze doporučit pro navazující měření. Dle vytvořeného návrhu a stanoveného postupu zajištění kalibrace lze ovšem Nano etalon znovu vyrobit a uplatnit pro požadovaná měření. Cíle související s návrhem Mikro a Maxi etalonu nebyly v zadání diplomové práce stanoveny, ovšem jejich řešení diplomovou prací znatelně obohacuje a nastavuje základy pro jejich budoucí realizaci. S doplňujícími etalony souvisí také kapitola s popisem jednotlivých přístrojů, jež se nezaměřuje pouze na XCT měřicí techniku, jak je dle zadaných cílů požadováno. Bohužel z důvodu vyhlášení nouzového stavu kvůli probíhající pandemii covid-19 v průběhu psaní této diplomové práce jsem se nemohl osobně účastnit popisovaných měření a ani nemohl být přítomen u výroby vytvořených etalonů.

Pro kompletní přehled je diplomová práce doplněna o přílohy obsahující výkresovou dokumentaci, výpočty nejistoty měření průměrů kuliček Nano etalonu, naměřená data Mikro etalonu a přehled parametrů využívaných přístrojů.

11 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] AUTOFAKTA.CZ. *Z historie měření | 3 pól* [online]. [cit. 2020-03-10]. Dostupné z: <https://www.3pol.cz/cz/rubriky/fyzika-a-klasicka-energetika/1964-z-historie-mereni>
- [2] Zákon č. 505/1990 Sb.: Zákon o metrologii. In: Sběrka zákonů. 16. listopadu 1990.
- [3] 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.
- [4] *Jaký je rozdíl mezi kalibrací a ověřením?* | Český metrologický institut [online]. [cit. 2020-03-12]. Dostupné z: <https://www.cmi.cz/node/11>
- [5] PETŘKOVSKÁ, Lenka a Lenka ČEPOVÁ. *Strojírenská metrologie*. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, 2011.
- [6] Fig. 1 Illustration of a calibration hierarchy. *ResearchGate* [online]. [cit. 2020-03-14]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/figure/illustration-of-a-calibration-hierarchy_fig1_308076751
- [7] BRLICA, P. Stanovení nejistoty měření nano-CMM. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 91 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Jan Šrámek.
- [8] *Národní metrologický systém České republiky – ÚNMZ* [online]. [cit. 2020-03-14]. Dostupné z: <https://www.unmz.cz/metrologie/metrologicky-system/narodni-metrologicky-system-ceske-republiky/>
- [9] *Často kladené otázky – Zkušebnictví – ÚNMZ* [online]. [cit. 2020-03-20]. Dostupné z: <https://www.unmz.cz/caste-dotazy/casto-kladene-otazky-zkusebnictvi/>
- [10] *Akreditace* [online]. [cit. 2020-03-22]. Dostupné z: https://www.cai.cz/?page_id=54
- [11] *Metrická konvence* | Český metrologický institut [online]. [cit. 2020-03-24]. Dostupné z: <https://www.cmi.cz/metricka%20konvence>
- [12] *OIML* | Český metrologický institut [online]. [cit. 2020-03-24]. Dostupné z: <https://www.cmi.cz/OIML>
- [13] *WELMEC* | Český metrologický institut [online]. [cit. 2020-03-24]. Dostupné z: <https://www.cmi.cz/WELMEC>
- [14] *EURAMET e.V.* | Český metrologický institut [online]. [cit. 2020-03-24]. Dostupné z: <https://www.cmi.cz/euramet>
- [15] LEACH. *Fundamental principles of engineering nanometrology*. Second edition. Amsterdam: Elsevier, William Andrew, 2014. ISBN 978-1-4557-7753- 2.
- [16] ČUŽNOVÁ, Dominika. *Design a nanotechnologie*. 2019. Bakalářská práce. Univerzita Karlova, Filozofická fakulta, Ústav informačních studií a knihovnictví. Vedoucí práce Malečková, Dita.

- [17] ČEŠEK, Jakub. Návrh vhodného etalonu délky pro oblast nanometrologie na pracovištích ČMI Brno a CEITEC Brno. Brno, 2019 [online]. [cit. 2020-03-22] Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zavrace/detail/117485>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav výrobních strojů, systémů a robotiky. Vedoucí práce Jan Šrámek.
- [18] NÁDENÍČEK, Petr. Zobrazovací metody: Rozdělení, principy a využití. In: *MUNI* [online]. 2013 [cit. 2020-03-28]. Dostupné z: https://is.muni.cz/el/med/jaro2014/BARD021c/2013_zobrazovaci_metody_WEB.pdf
- [19] *Computed Tomography (CT)* [online]. [cit. 2020-03-28]. Dostupné z: <https://www.nibib.nih.gov/science-education/science-topics/computed-tomography-ct>
- [20] *Průmyslové CT – Řešení pro náročné aplikace - Strojárstvo / Strojírenství* [online]. [cit. 2020-03-22]. Dostupné z: <https://www.engineering.sk/clanky2/stroje-a-technologie/3424-prumyslove-ct-reseni-pro-narocne-aplikace>
- [21] SÚKUPOVÁ, Lucie. *Radiační ochrana při rentgenových výkonech - to nejdůležitější pro praxi*. 2018. ISBN 978-80-271-0709-4.
- [22] 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.
- [23] CANTATORE, Angela a Pavel MÜLLER. *Introduction to computed tomography*. nedatováno, 77.
- [24] *CT Symposia 2013, Leuven - Presentations* [online]. [cit. 2020-03-28]. Dostupné z: <https://www.mech.kuleuven.be/ct-symposia-2013/presentations.html>
- [25] *Essentials of Computed Tomography – UTCT – University of Texas* [online]. [cit. 2020-03-29]. Dostupné z: <https://www.ctlab.geo.utexas.edu/about-ct/essentials-of-computed-tomography/>
- [26] EDITOR, Keith Mills Publishing. *Seeing Into The Future Of Computed Tomography. Metrology and Quality News - Online Magazine* [online]. 21. leden 2020 [cit. 2020-03-29]. Dostupné z: <https://metrology.news/seeing-into-the-future-of-computed-tomography/>
- [27] PRÁŠILOVÁ, E. *Význam zobrazovacích metod při tvorbě výpočtového modelu v biomechanice..* Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2012. 51 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Petr Marcián.
- [28] *Rentgenová výpočetní tomografie – nabídka akreditovaných měření. Český metrologický institut* [online]. Brno: ČMI, 2017 [cit. 2020-04-10]. Dostupné z: <https://www.cmi.cz/node/964>
- [29] WEBGUIDE.CZ. *Tomografické měření CEITEC Vybavení - Ceitec.cz* [online]. [cit. 2020-05-23]. Dostupné z: <http://ctlab.ceitec.cz/cs/vybaveni/>
- [30] *nano3DX | Rigaku Global Website* [online]. [cit. 2020-04-08]. Dostupné z: <https://www.rigaku.com/products/xrm/nano3dx>

- [31] 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. 2020-04-12]. Dostupné z: <http://ctlab.ceitec.cz/files/271/292.pdf>
- [32] LANGLOTZ, Enrico, Denys DONTSOV a Walter SCHOTT. 3D capability for nanopositioning and nanometrology: Precision, flexible, broad-range measurement of three-dimensional objects. 2011. [online.] [cit. 2020-04-15] Dostupné také z: http://www.sios-de.com/wp-content/uploads/2015/09/NMM_L-P_e_-1-11.pdf
- [33] Industrial Measuring Technology from Carl Zeiss. UPMC Carat S.ACC: Specification and Performance Features. [online]. [cit. 2020-05-27]. Dostupné z: <https://www.atechauthority.com/pdf/UPMC-Specs.pdf>
- [34] Motl, O. Vliv strategie měření a metodiky vyhodnocení na výsledek měření při kontrole rotačních součástí na CMM. Praha: České vysoké učení technické v Praze, Fakulta strojní, 2019. 56 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Mikeš Pavel, Ph.D.
- [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] PLC, Renishaw. Renishaw: Materiály doteků. *Renishaw* [online]. [cit. 2020-06-13]. Dostupné z: <http://www.renishaw.cz/cs/materialy-doteku--6423>
- [37] OZTURK, Burak, Ismail LAZOGLU a Huseyin ERDIM. Machining of Free-Form Surfaces-Part II: Calibration and Forces. *International Journal of Machine Tools and Manufacture* [online]. [cit. 2020-06-13] 2006, 46. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijmachtools.2005.07.037
- [38] *Cesty ke zvýšení efektivnosti obráběcích strojů* | *Technický týdeník* [online]. [cit. 2020-06-13]. Dostupné z: https://www.technickytydenik.cz/rubriky/serialy/ze-zivotavyzkumneho-centra/cesty-ke-zvyseni-efektivnosti-obrabecich-stroju_35252.html
- [39] ROMER Absolute Arm. *Hexagon Manufacturing Intelligence* [online]. [cit. 2020-06-14]. Dostupné z: <https://www.hexagonmi.com/cs-CZ/products/portable-measuring-arms/romer-absolute-arm>
- [40] *Produkt A-1034-0002, Kalibrační koule Ø25 mm (pouze kalibrační koule)* [online]. [cit. 2020-06-14]. Dostupné z: <https://www.renishaw.com/shop/Product.aspx?Product=A-1034-0002>
- [41] *Ferona online - Profil dutý svařovaný černý s obdélníkovým průřezem, EN 10219, |rozměr|80x40x6* [online]. [cit. 2020-06-14]. Dostupné z: <https://online.ferona.cz/detail/29129/profil-duty-svarovany-cerny-s-obdelnikovym-prurezem-en-10219-rozmer-80x40x6>
- [42] Mitutoyo. *Metrologická příručka pro přesné měřicí přístroje*. [online]. Teplice: Mitutoyo Česko s.r.o. [cit. 2020-06-15]. Dostupné z: <http://mitoro.cz/ke-stazeni/metrologicka-prirucka.pdf>

- [43] Renishaw plc. Katalog doteků. [online]. Brno: Renishaw s.r.o. [cit. 2020-06-15]. Dostupné z: <https://www.renishaw.cz/cs/doteky-pro-merici-sondy--6333>
- [44] *Nerezová ocel 1.4541, její použití, odolnost, svařitelnost a další informace* [online]. [cit. 2020-06-16]. Dostupné z: <http://www.ak1324.cz/jakost-1-4541/>
- [45] ČSN EN ISO 15530. Geometrické specifikace produktu (GPS) - Souřadnicové měřicí stroje (CMM): Metody určování nejistoty měření. Praha: Český normalizační institut, 2012.
- [46] ČSN EN ISO 10360: Geometrické požadavky na výrobky (GPS) - Přejímací a periodické zkoušky souřadnicových měřicích strojů (CMM). Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2010.
- [47] 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 systémy s vícenásobnými snímacími doteky. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2010.
- [48] ČSN EN ISO 15530-3. Geometrické specifikace produktu (GPS) - Souřadnicové měřicí stroje (CMM): Metody určování nejistoty měření – Část 3: Použití kalibrovaných obrobků nebo etalonů. Praha: Český normalizační institut, 2012.
- [49] Vybavení. CEITEC [online]. Brno: CEITEC VUT [cit. 2020-06-24]. Dostupné z: <http://ctlab.ceitec.cz/cs/vybaveni/>
- [50] Nanopositioning and Nanomeasuring Machine: NMM-1. SIOS Meßtechnik. [online] GERMANY, 2014. [cit. 2020-06-25] Dostupné také z: http://www.sios-de.com/wpcontent/uploads/2016/02/NMM-1_e_2014.pdf

12 SEZNAM ZKRATEK, SYMBOLŮ, OBRÁZKŮ A TABULEK

12.1 Seznam tabulek

Tab. 1: Příklady etalonů kalibrované délky užívaných v mikro a nanometrologii [17].	38
Tab. 2: Přehled materiálů kuliček a dřívků užívaných v mikro a nanometrologii [43].	47
Tab. 3: Naměřené hodnoty charakterizující Nano etalon.	53
Tab. 4: Porovnání naměřených hodnot průměrů obou kuliček na daných přístrojích.	54

12.2 Seznam obrázků

Obr. 1: Řetězec metrologické návaznosti [5].	20
Obr. 2: Hierarchie kalibrace [6].	20
Obr. 3: Struktura NMS ČR [8].	22
Obr. 4: Voxel [20].	25
Obr. 5: Lékařský tomograf [23].	25
Obr. 6: Princip měření: a) průmyslového CT, b) lékařského CT [23].	26
Obr. 7: Poloha měřeného objektu v blízkosti: a) snímače, b) zdroje [27].	27
Obr. 8: Ukázka mikro-CT: a) Thermo Fisher Scientific Heliscan, b) Microme x microfocus X-ray inspection systém [29].	28
Obr. 9: Rigaku nano3DX [29].	31
Obr. 10: Detail měřeného vzorku v těsné blízkosti detektoru [31].	32
Obr. 11: SIOS NMM-1.	32
Obr. 12: Schéma rozmístění laser interferometrů systému měřícího přístroje SIOS NMM-1 [7].	33
Obr. 13: Ukázka měření pomocí dotykové sondy [32].	34
Obr. 14: Ishikawův diagram s faktory ovlivňující měření na CMM [17].	34
Obr. 15: Ishikawův diagram s faktory ovlivňující měření na CT [17].	35
Obr. 16: Zeiss UPMC Carat 850 [34].	35
Obr. 17: Modely etalonů pro zorné pole (5,6 × 7,2) mm přístroje Rigaku nano3DX: a) původní návrh, b) realizovaný návrh [17].	37
Obr. 18: Schéma návaznosti jednotlivých měřících zařízení umístěných v různých institutech.	38
Obr. 19: Etalon pro zorné pole 0,7 × 0,9 mm: a) model, b) 2D náčrt s rozměry [17].	39
Obr. 20: Ukázka kalibrovaných kuliček z: a) rubínu, b) nitridu křemíku, c) zirkonu [17].	40
Obr. 21: Snímek reálného etalonu pro zorné pole (0,7 × 0,9) mm při měření na přístroji SIOS NMM-1 dotykovou sondou o průměru 0,12 mm [17].	41
Obr. 22: Nano etalon: a) model, b) 2D náčrt s rozměry.	41
Obr. 23: Snímky z přístroje SIOS NMM-1: a) s dotykovou sondou, b) bez dotykové sondy.	42
Obr. 24: Původní 3D model Mikro etalonu: a) výchozí pohled, b) pohled ze shora.	43
Obr. 25: Realizovaný 3D model funkčního vzorku Mikro etalonu: a) výchozí pohled, b) pohled ze shora.	44
Obr. 26: Realizovaný návrh funkčního vzorku Mikro etalonu.	44
Obr. 27: Soubor ověřovacích měření na přístroji: a) SIOS NMM-1, b) Zeiss UPMC Carat 850.	45

Obr. 28: Rameno Römer Absolute Arm umístěné na ÚVSSR VUT [39].	46
Obr. 29: 3D modely: a) základny, b) kalibrační koule s dříkem.	46
Obr. 30: 3D modely: a) bočnice, b) patky.	47
Obr. 31: 3D model sestavy Maxi etalonu: a) původní návrh, b) realizovaný návrh.	48
Obr. 32: Zobrazení měřené kuličky včetně její polohy vůči sondě v programu SIOS NMM-1 [7].	51
Obr. 33: Strategie rozmístění bodů doteku dle příslušné normy [35].	52
Obr. 34: Sken bodů doteku u Nano etalonu.	53

12.3 Seznam grafů

Graf 1: Podíl jednotlivých složek na nejistotě měření rozteče Nano etalonu.	58
---	----

12.4 Seznam zkratek

Zkratka	Význam
2D	Dvourozměrný
3D	Třírozměrný
AMS	Autorizované měřící středisko
BIPM	Mezinárodní úřad pro míry a váhy
BIML	Mezinárodní úřad pro legální metrologii
CAD	Počítačem podporované projektování
CCD	Zařízení se zdvojeným nábojem
CEITEC	Středoevropský technologický institut
CGML	Mezinárodní konference pro legální metrologii
CGPM	Všeobecná konference pro váhy a míry
CIML	Mezinárodní výbor pro legální metrologii
CIPM	Mezinárodní výbor pro váhy a míry
CNC	Číslicové řízení pomocí počítače
CMM	Souřadnicový měřicí stroj
CT	Výpočetní tomografie
ČIA	Český institut pro akreditaci
ČMI	Český metrologický institut
ČR	Česká republika
ČSN	Česká technická norma
EN	Evropská norma
ES	Evropské společenství
EURAMET	Evropské sdružení národních metrologických institutů
FM	Fundamentální metrologie
FSI	Fakulta strojního inženýrství
ISO	Mezinárodní organizace pro normalizaci

IEC	Mezinárodní elektrotechnická komise
LM	Legální metrologie
Makro-CT	Makrotomografická stanice
mikro-CT	Mikrotomografická stanice
MK	Metrická konvence
MPO	Ministerstvo průmyslu a obchodu
nano-CMM	Souřadnicový měřicí stroj pro nanometrologii
nano-CT	Nanotomografická stanice
NMM	Stroj s nanopozicováním a nano-měřením
NMS	Národní metrologický systém
NO	Notifikovaná osoba
OIML	Mezinárodní organizace pro zákonnou metrologii
PC	Personální počítač
PIM	Funkce programu Calypso od společnosti Carl Zeiss AG
PM	Průmyslová metrologie
ÚM	Subjekt provádějící úřední měření
ÚNMZ	Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví
ÚVSSR	Ústav výrobních strojů, systémů a robotiky
VUT	Vysoké učení technické v Brně
WELMEC	Evropská spolupráce v legální metrologii
XCT	Rentgenová výpočetní tomografie
XRM	Rentgenový mikroskop

12.5 Seznam symbolů

§	Paragraf
α_1	Koeficient teplotní roztažnosti Nano etalonu
α_2	Koeficient teplotní roztažnosti referenční kuličky o průměru 2 mm
a_A	Rozteč Besselyho bodů
a_B	Rozteč Airyho bodů
k	Koeficient rozšíření
k_{c1}	Citlivostní koeficient standartní nejistoty rozdílu teplot referenční kuličky a Nano etalonu
k_{c2}	Citlivostní koeficient rozšiřující standartní nejistotu odchylky teploty od 20 °C
k_s	Koeficient rozšíření standartní nejistoty typu A
l	Délka součásti

n	Počet opakovaných měření
R_{NMM}	Hodnota rozlišení přístroje SIOS NMM-1
$s(\bar{x})$	Výběrová směrodatná odchylka hodnot rozteče rubínových kuliček
$s(\bar{y})$	Výběrová směrodatná odchylka hodnot průměru levé rubínové kuličky
$s(\bar{z})$	Výběrová směrodatná odchylka hodnot průměru pravé rubínové kuličky
t	Teplota okolního prostředí
t_1	Teplota Nano etalonu
t_2	Teplota referenční kuličky o průměru 2
u	Rozšířená celková nejistota rozteče rubínových kuliček
U_A	Standartní nejistota typu A rozteče rubínových kuliček
U_{Al}	Standartní nejistota typu A průměru levé rubínové kuličky
U_{Ap}	Standartní nejistota typu A průměru pravé rubínové kuličky
u_A	Rozšířená nejistota typu A rozteče rubínových kuliček
u_{Al}	Rozšířená nejistota typu A průměru levé rubínové kuličky
u_{Ap}	Rozšířená nejistota typu A průměru pravé rubínové kuličky
u_C	Celková nejistota rozteče rubínových kuliček
u_{Cl}	Celková nejistota průměru levé rubínové kuličky
u_{Cp}	Celková nejistota průměru pravé rubínové kuličky
U_{cal}	Rozšířená nejistota referenční kuličky o průměru 2 mm
u_{cal}	Standartní nejistota referenční kuličky o průměru 2 mm
u_l	Rozšířená celková nejistota průměru levé kuličky
u_p	Rozšířená celková nejistota průměru pravé kuličky
U_{t20}	Standartní nejistota odchylky teploty od 20 °C
u_{t20}	Rozšířená standartní nejistota odchylky teploty od 20 °C
U_{tr}	Standartní nejistota rozdílu teplot referenční kuličky a Nano etalonu
u_{tr}	Rozšířená standartní nejistota rozdílu teplot referenční kuličky a Nano etalonu
u_{res}	Standartní nejistota rozlišení přístroje SIOS NMM-1
χ	Rovnoměrné pravděpodobnostní rozdělení
x	Výsledná hodnota rozteč rubínových kuliček
\bar{x}	Aritmetický průměr naměřených hodnot rozteče rubínových kuliček

x_i	Konkrétní naměřené hodnoty rozteče rubínových kuliček
y	Výsledný hodnota průměru levé rubínové kuličky
\bar{y}	Aritmetický průměr naměřených hodnot průměrů levé rubínové kuličky
y_i	Konkrétní naměření hodnoty průměru levé rubínové kuličky
z	Výsledný hodnota průměru pravé rubínové kuličky
\bar{z}	Aritmetický průměr naměřených hodnot průměrů pravé rubínové kuličky
z_i	Konkrétní naměření hodnoty průměru pravé rubínové kuličky

13 SEZNAM PŘÍLOH

Příloha A – Parametry přístrojů:

- A1 – Rigaku nano3DX,
- A2 – SIOS NMM-1,
- A3 – Zeiss UPMC Carat 850.

Příloha B – Výkresová dokumentace:

- B1 – Nano etalon,
- B2 – Mikro etalon,
- B3 – Funkční vzorek Mikro etalonu,
- B4 – Maxi etalon – Základna,
- B5 – Maxi etalon – Patka,
- B6 – Maxi etalon – Bočnice,
- B7 – Maxi etalon – Kulička s dříkem,
- B8 – Maxi etalon – Kusovník,
- B9 – Maxi etalon – Sestava.

Příloha C – Ověřovací měření Mikro etalonu na přístroji Zeiss UPMC Carat 850:

- C1 – Soubor naměřených dat s využitím páčkového snímače Tesa o síle 1 200mN,
- C2 – Soubor naměřených dat bez využití páčkového snímače Tesa o síle 1 200mN.

Příloha D – Stanovení nejistot průměrů kuliček Nano etalonu:

- D1 – Výpočet nejistoty měření levé rubínové kuličky,
- D2 – Výpočet nejistoty měření pravé rubínové kuličky.