

Charakterizace porézních materiálů pomocí RTG mikrotomografie

Radek Gajdošík

Bakalářská práce
2014



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav fyziky a mater. inženýrství

akademický rok: 2013/2014

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Radek Gajdošík**
Osobní číslo: **T11514**
Studijní program: **B2808 Chemie a technologie materiálů**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Charakterizace porézních materiálů pomocí rentgenové mikrotomografie**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracujte rešerši na zadané téma s využitím doporučené literatury a databázových informačních zdrojů.
2. Osvojte si používání dostupného mikrotomografu a proveďte měření vybraných typů porézních materiálů.
3. Získané výsledky měření podrobně obrazové analýze.
4. Výsledky měření a obrazových analýz přehledně diskutujte v závěrečných kapitolách bakalářské práce a proveďte jejich kritické zhodnocení.

Rozsah bakalářské práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

1. SASOV, A. a D. VAN DYCK. Desktop X-Ray Microscopy and Microtomography. Antwerpen, 1998.
2. BARUCHEL, J., J.Y. BUFFIÈRE, E. MAIRE, P. MERLE a G. PEIX. X-ray tomography in material science. Paris, Hermes Science, 2000.
3. STOCK, Stuart R. MicroComputed Tomography: Methodology and Applications. 6000 Broken Sound Parkway NW, Suite 300: CRC Press, 2009. ISBN 13:978-1-4200-5876-5.
4. FLANNERY, Brian P., DECKMAN, ROBERGE a D'AMICO. Three-Dimensional X-ray Microtomography. Science, 1987.

Vedoucí bakalářské práce:

Ing. Antonín Minařík, Ph.D.

Ústav fyziky a mater. inženýrství

Datum zadání bakalářské práce:

7. února 2014

Termín odevzdání bakalářské práce:

30. května 2014

Ve Zlíně dne 7. února 2014


doc. Ing. Román Čermák, Ph.D.
děkan



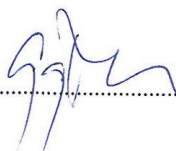

doc. Mgr. Aleš Mráček, Ph.D.
ředitel ústavu

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 30.5.2014



¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevdělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlídně k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Byla studována a demonstrována možnost využití rentgenové mikrotomografie pro charakterizace porézních materiálů. Studovanými vzorky byly PUR pěny, nadouvaný vzorek vytlačovaného polystyrenu, nadouvaná čokoláda. Prakticky byl testován vliv nastavení parametrů skenování, rekonstrukce prostorové struktury a obrazové analýzy na konečnou podobu získaných výsledků a dat. Podrobně byl diskutován vliv faktoru prahování na výsledky obrazové analýzy – stanovení podílu otevřených a uzavřených pórů. Výsledky experimentální části práce ukazují limity a úskali této metodiky při kvantitativním srovnávání málo absorbujících tenkostěnných polymerních vzorků.

Klíčová slova: RTG mikrotomografie, porézní materiály, porozita, kvantitativní stanovení, prahování, PUR pěny, polymery

ABSTRACT

Was studied and demonstrated the possibility of using x-ray microtomography for characterization of porous materials. The studied samples were PUR foams blown extruded polystyrene sample, puffed chocolate. Practically tested the effect of setting scanning parameters, the reconstruction of the spatial structure, image analysis and the final form of the obtained results. In detail was discussed the thresholding factor on the results of image analysis - determination of open and closed pores. The results of the experimental work illustrates the limitations and difficulty of this methodology for quantitative comparison of low absorbing thin-wall polymer samples.

Keywords: RTG microtomography, porous materials, porosity, quantitative determination, thresholding, PUR foams, polymers

Poděkování

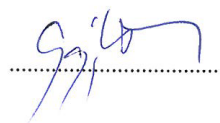
Tímto bych chtěl poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Antonínu Minařkovi, Ph.D. za jeho péči, trpělivost a pomoc při jejím vypracování. Taktéž bych mu rád poděkoval za množství cenných rad a čas, který mi věnoval.

V neposlední řadě bych rád poděkoval mé rodině za podporu během celého studia.

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a zdrojů uvedených v seznamu na konci této práce.

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

Ve Zlíně: 30.5.2014



OBSAH

ÚVOD.....	9
I TEORETICKÁ ČÁST.....	10
1 RENTGENOVÁ MIKROTOMOGRFIE.....	11
1.1 RENTGENOVÉ ZÁŘENÍ.....	14
1.1.1 Vznik rentgenového záření	15
1.1.2 Brzdné záření	16
1.1.3 Charakteristické záření.....	17
1.1.4 Prahová vlnová délka λ_{\min}	17
1.2 INTERAKCE RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ S HMOTOU	18
1.2.1 Comptonův rozptyl.....	18
1.2.2 Fotoelektrický jev.....	19
1.2.2.1 Vnější fotoelektrický jev.....	19
1.2.2.2 Vnitřní fotoelektrický jev.....	20
1.3 KONSTRUKCE RTG MIKROTOMOGRFU	20
1.3.1 Rentgenka.....	21
1.3.2 Prostor pro vzorek	22
1.3.3 Detektor.....	23
1.3.3.1 Fotonásobič.....	23
1.3.4 Kamera	24
1.3.5 Software pro rekonstrukci obrazu	24
1.3.6 Počítač	25
1.4 APLIKAČNÍ MOŽNOSTI METODY.....	25
2 PÓROVITÉ MATERIÁLY.....	30
2.1 ROZDĚLENÍ PÓRŮ	31
2.2 OTEVŘENÉ A UZAVŘENÉ PÓRY	31
2.3 ROZDĚLENÍ PODLE VELIKOSTI PÓRŮ	32
2.3.1 Mikropórovité	32
2.3.2 Mezopórovité	32
2.3.3 Makropórovité.....	32
II PRAKTICKÁ ČÁST	33
3 SPECIFIKACE POUŽITÉHO TOMOGRFU.....	34
4 POUŽITÉ VZORKY A JEJICH PŘÍPRAVA	35
5 JEDNODUCHÁ DEMONSTRACE PRINCIPU RENTGENOVÉ MIKROTOMOGRFIE	38
6 NASTAVENÍ SKENOVÁNÍ	40
7 REKONSTRUKCE OBRAZU.....	45
8 OBRAZOVÁ ANALÝZA, STANOVENÍ POROZITY.....	48
ZÁVĚR	67
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	68
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	71
SEZNAM OBRÁZKŮ	73

ÚVOD

Rentgenová tomografie je významnou technikou využívanou pro charakterizaci vnitřní mikrostruktury materiálů. Jedná se o nedestruktivní metodiku, využívanou v celé řadě oblastí (průmyslu, vědě, archeologii, medicíně) pro popis rozložení materiálu v prostoru (např. pórů, plniv, defektů, atd.). V principu tato technika pracuje na rozdílné absorpci rentgenového záření materiálu s měnícím se protonovým číslem.

První teoretická část této práce je věnována popisu fyzikální podstaty této metody s ohledem na použité záření a jeho interakci s hmotou. Druhá část se zabývá vysvětlením konstrukce a funkce rentgenového tomografu. Dále je zde uvedeno několik příkladů možných aplikací této metody. V závěru teoretické části práce jsou rozebrány typy pórovitých materiálů.

Úvod praktické části je věnován optimalizaci nastavení parametrů skenování, s vysvětlením jednotlivých aspektů, ovlivňujících jeho kvalitu, tj. konečný výsledek. V dalším kroku je rozebrána problematika rekonstrukce obrazu a obrazové analýzy. Hlavní pozornost je věnována reprodukovatelnosti získávaných výsledků s ohledem na některé kritické, uživatelsky nastavitelné parametry obrazové analýzy. Z hlediska typu charakterizovaných materiálů je celá práce zaměřena především na charakterizaci vybraných porézních vzorků polymerů.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 RENTGENOVÁ MIKROTOMOGRFIE

Rentgenová mikrotomografie je moderní nedestruktivní, vysoce efektivní zkušební metoda, která je založena na prozařování zkoumaného objektu paprsky rentgenového záření. Pomocí této metody jsme schopni odhalit nejen vady a odchylky na povrchu materiálu, jako jsou například praskliny a póry. Ale i změnu tloušťky materiálu, vnitřní strukturu a poruchy, včetně jejich velikosti a polohy. Rentgenové záření vychází ze zdroje tzv. rentgenky a prochází skrze zkoumaný objekt do detektoru, který vyhodnocuje intenzitu prošlého záření. Z detektoru vychází elektrický signál, který je pomocí kamery převáděn na digitální a tak vzniká projekce daného objektu - viz Obr. 1. [1, 2, 4]

Rentgenové projekce jsou založeny na tom, že různé materiály mají odlišnou schopnost pohlcovat rentgenové záření. Míra schopnosti pohlcovat rentgenové záření závisí na protonovém čísle dané látky resp. materiálu. Závislost absorpce rentgenového záření na velikosti protonového čísla je dána vztahem:

$$\tau \sim Z^4 \quad (1)$$

kde: τ - absorpce rentgenového záření

Z - protonové číslo prvku

Absorpce rentgenového záření tedy stoupá se čtvrtou mocninou protonového čísla daného prvku. Látka s vyšším protonovým číslem budou tedy absorbovat více. [27]

Při absorpci rentgenového záření se uplatňuje tzv. Lambertův-Beerův zákon:

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu d} \quad (2)$$

kde: I - intenzita záření po průchodu materiálem [$W \cdot m^{-2}$]

I_0 - intenzita záření vycházející ze zdroje [$W \cdot m^{-2}$]

e - základ přirozených logaritmů [1]

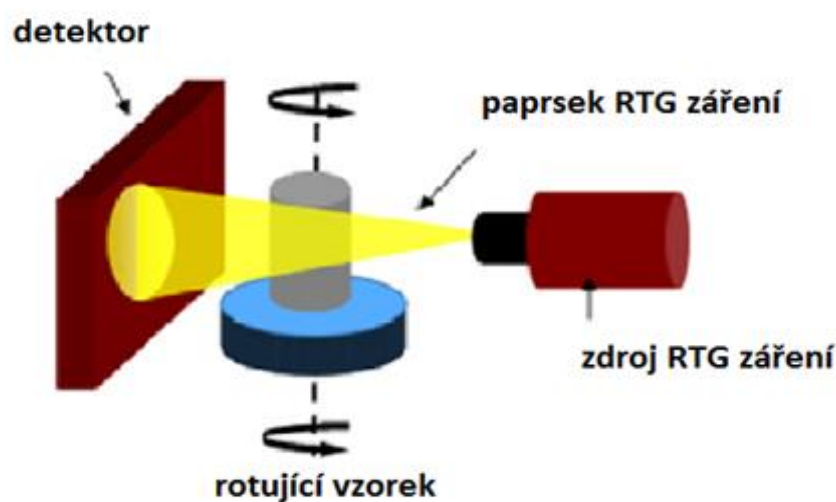
d - tloušťka absorpčního prostředí [m]

μ - lineární absorpční koeficient [m^{-1}]

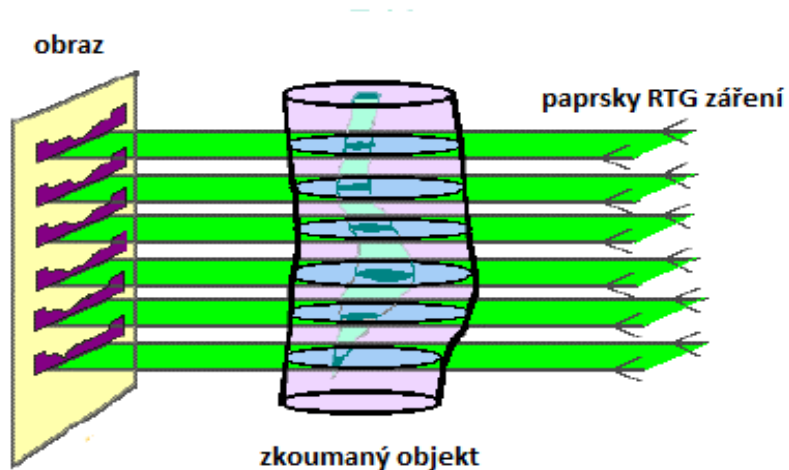
Absorpční koeficient je závislý především na efektivní hodnotě protonového čísla materiálu, skrze který rentgenové záření prochází. Efektivní hodnotou protonového čísla je myšlen aritmetický průměr protonových čísel prvků, které se nachází ve vzorku. V úvahu se bere i

jejich relativní zastoupení. Absorpční koeficient je dále závislý i na vlnové délce elektromagnetického záření. [27]

Princip funkce rentgenové mikrotomografie spočívá v rotaci zkoumaného objektu v tomografu a postupném prozařování objektu rentgenovým zářením pod jednotlivými úhly tak, abychom získali rentgenové projekce ze všech úhlů, viz Obr. 1. Přístroj tedy zaznamenává projekce, které však jsou 2-dimenzionální, viz Obr. 2 a až následnou softwarovou rekonstrukcí dostáváme 3D obraz zkoumaného objektu. Již z několika projekcí jsme schopni usoudit, zda je v materiálu nějaká vada, nicméně, čím více projekcí máme, tzn. čím menší úhel rotace vzorku zvolíme, tím lépe a přesněji jsme ji schopni lokalizovat a definovat, viz Obr. 3. [1, 2, 3, 4, 11, 15, 26]

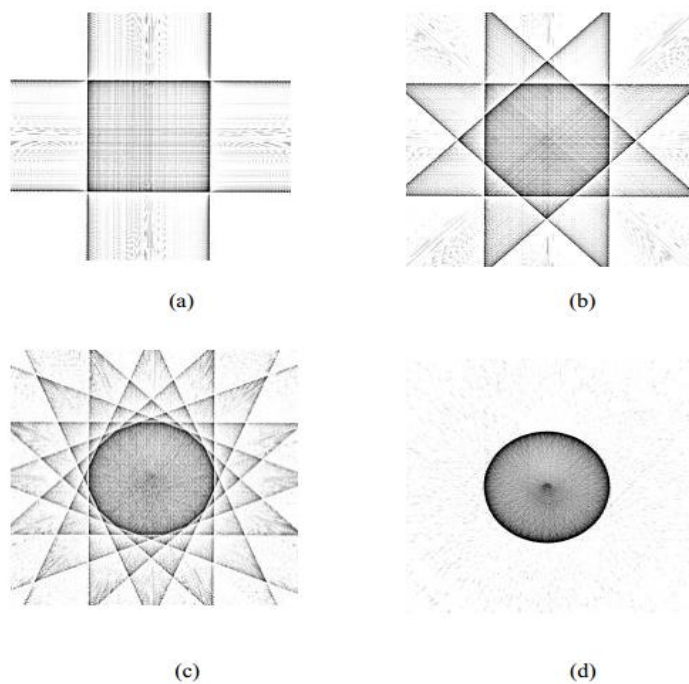


Obr. 1 Princip rentgenové mikrotomografie. [15]



Obr. 2 Princip rentgenovy mikrotomografie – záznam projekcí v jednotlivých rovinách.

[30]



Obr. 3 Princip rentgenovy mikrotomografie – vliv úhlu otočení na kvalitu záznamu: a) otočení o 90° ; b) otočení o 45° ; c) otočení o 23° ; d) otočení o 1° . [1]

1.1 Rentgenové záření

Rentgenové záření je elektromagnetické záření s velmi krátkými vlnovými délkami, které se pohybují v rozmezí 10^{-8} m až 10^{-12} m. Toto záření je ionizující a má velmi vysokou energii. Energie rentgenového záření se pohybuje v řádu desítek až stovek keV. Ve vyšších dávkách je pro člověka velmi nebezpečné, proto je nutné se před účinky rentgenového záření chránit. [5, 25]

Ochranu před negativními účinky tohoto záření je možné realizovat několika způsoby:

- zkrácení doby, po kterou jsme vystaveni účinkům záření,
- použitím ochranných pomůcek - stínění (olověné zástěry).

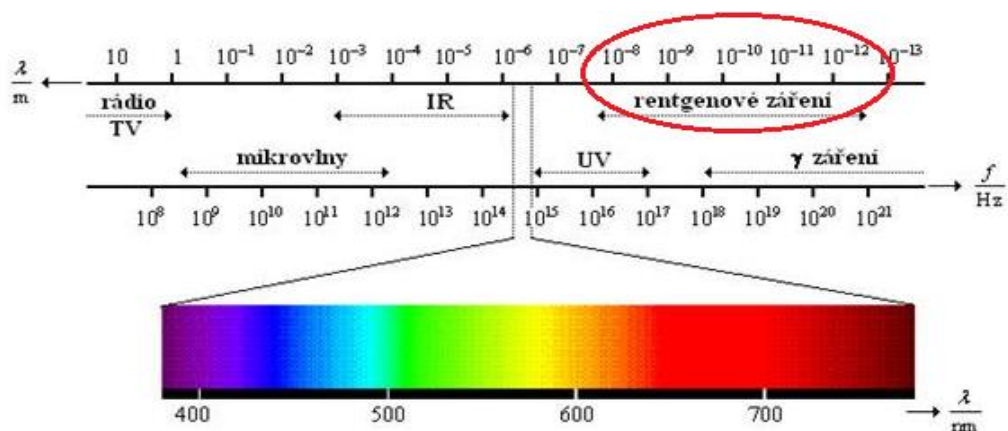
Rentgenové záření se, podle hodnoty energie, rozděluje na tzv. tvrdé a měkké.

- **Tvrdé záření** má kratší vlnové délky (10^{-10} - 10^{-12} m) a vyšší energii. Dobře prostupuje materiálem a tkáněmi.

Toto záření je vhodné pro charakterizaci např. kovových vzorků, protože tyto vzorky vykazují velkou absorpci rentgenového záření. Na prosvícení takového vzorku je potřeba záření o vysoké energii.

- **Měkké záření** má naopak delší vlnové délky (10^{-8} - 10^{-10} m), tím pádem nižší energii a je tedy méně prostupné přes látky s vysokým protonovým číslem.

Například pro polymerní vzorky, nebo obecně pro materiály, které rentgenové záření absorbují málo je nutné použít měkké záření.



Obr. 2 Znárodnění spektra elektromagnetického záření. [23]

1.1.1 Vznik rentgenového záření

Rentgenové záření vzniká tak, že elektrony, urychlené vysokým napětím na velmi vysokou rychlost, dopadají na kovovou elektrodu, kde interagují s jejími atomy. Pokud mají tyto elektrony dostatečnou energii, pak vyrazí elektrony z vnitřních energetických vrstev elektronového obalu atomu. Tyto vrstvy se nachází nejbližší jádru atomu. Na volné místo, po vyraženém elektronu se posune elektron z vyšší energetické hladiny. Při tomto přeskočení elektron vyzaří určité množství energie (kvantum), především ve formě tepla - až 99 % a v malém množství právě ve formě fotonů rentgenového záření. [29]

Foton je elementární částice, pomocí které popisujeme kvantum elektromagnetické energie. Foton nenesou žádný elektrický náboj - je elektricky neutrální, má nulovou klidovou hmotnost. Po vyzaření se foton pohybuje maximální rychlostí. Ve vakuu je rychlost všech fotonů rovna rychlosti světla, tj. $3 \cdot 10^8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. [5, 25]

Energie fotonu je dána vztahem:

$$E = h \cdot f = \frac{h \cdot c}{\lambda} \quad (3)$$

kde: **E** - energie záření [J]

h - Planckova konstanta [$\text{kg} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]

f - frekvence [s^{-1}]

c - rychlost světla ve vakuu [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$]

λ - vlnová délka záření [m]

Hybnost fotonu lze vyjádřit jako:

$$p = \frac{h \cdot f}{c} \quad (4)$$

kde: **p** - hybnost fotonu [$\text{kg} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$]

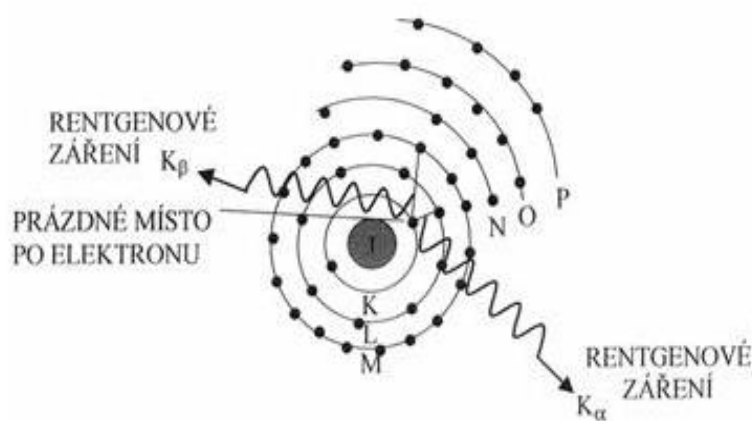
h - Planckova konstanta [$\text{kg} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]

f - frekvence [s^{-1}]

c - rychlost světla ve vakuu [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$]

Ze vztahu (3) je patrné, že energie elektromagnetického záření je především závislá na vlnové délce záření λ a to nepřímo. To znamená, že záření s kratší vlnovou délkou, bude mít vyšší energii.

Jednotka energie elektromagnetického záření je joule (J). Energie fotonu je však velmi malá, proto se pro vyjádření využívá výhodnější jednotka elektronvolt (eV), popřípadě jeho násobky (např. kiloelektronvolt - keV, megaelektronvolt - MeV). Hodnota energie 1 eV odpovídá $1,602 \cdot 10^{-19}$ J.



Obr. 3 Schéma vzniku RTG záření. [25]

Ikdyž v malé míře, tak rentgenové záření vzniká i v přírodě, například při úderu blesku. Přírodními zdroji tohoto záření jsou také hvězdy a slunce.

Prakticky se ovšem využívají umělé zdroje rentgenového záření tzv. rentgenky.

Existují 2 druhy rentgenového záření a to jsou brzdné a charakteristické.

1.1.2 Brzdné záření

Toto záření vzniká při brždění elektronů, které dopadly na anodu. Při tomto nárazu se elektrony dostávají do elektrostatického pole jader atomů anody a dochází k tomu, že se jejich dráhy zakřívují, díky čemuž zpomalují a ztrácí svoji kinetickou energii. V důsledku toho je tato energie vyzářena ve formě fotonů rentgenova záření o různých vlnových délkách. Energie brzdného záření nezávisí na materiálu anody, ale pouze na rychlosti, kterou elektron narazí do anody. Čím vyšší rychlost bude elektron mít, tím vyšší bude energie emitovaného záření. Spektrum brzdného záření je spojitě, viz Obr. 4. [5]

1.1.3 Charakteristické záření

Charakteristické záření vzniká tak, že dopadající elektron buď úplně vyrazí nebo excituje elektron z nejnižších hladin elektronového obalu atomu. Na místo tohoto elektronu se ihned posouvá elektron z vyšší energetické hladiny. Aby se tento přeskok mohl uskutečnit, elektron musí odevzdat přebytek své energie. Odevzdá ji tak, že vyzáří foton charakteristického rentgenového záření. [5]

Tento druh záření se liší, podle toho, z jakého materiálu je vyrobena anoda rentgenky a je tak charakteristické pro každý materiál. Spektrum tohoto záření je čárové, viz Obr. 4.

1.1.4 Prahová vlnová délka λ_{\min}

Je to významný rys spektra rentgenového záření. Kratší vlnové délky, než je ta prahová, nejsou ve spojitém spektru vůbec zastoupeny. Tato hodnota vlnové délky odpovídá jedné srážce elektronu s atomem anody. Při této srážce elektron ztratí všechnu svoji počáteční kinetickou energii E_{K0} . Všechna tato energie se přemění na foton rentgenového záření o této minimální vlnové délce λ_{\min} . Hodnota prahové vlnové délky je dána následujícím vztahem (5). [5]

$$\lambda_{\min} = \frac{h \cdot c}{E_{K0}} \quad (5)$$

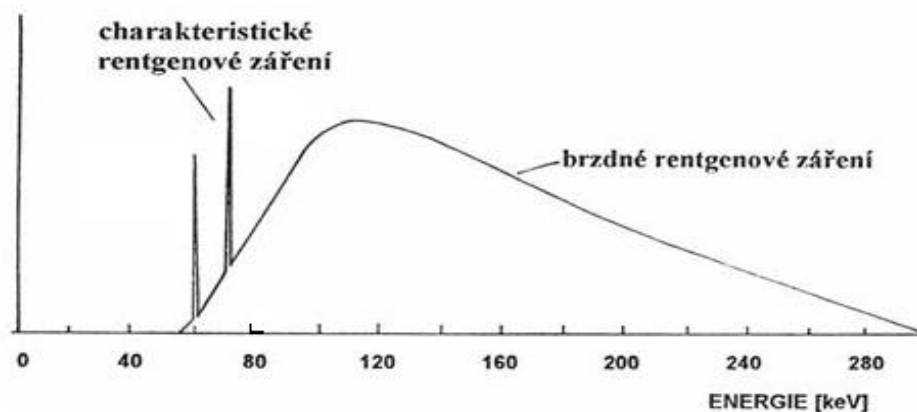
kde: λ_{\min} - prahová vlnová délka [m]

h - Planckova konstanta [$\text{kg} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]

c - rychlost světla ve vakuu [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$]

E_{K0} - počáteční kinetická energie elektronu [J]

Hodnota prahové vlnové délky není závislá na materiálu, ze kterého je vyrobena anoda rentgenky. Pokud bude anoda vyrobena např. z wolframu nebo z mědi, veškeré rysy rentgenového záření budou odlišné, pouze prahová vlnová délka zůstane stejná. [5]



Obr. 4 Spektrum rentgenového záření. [24]

1.2 Interakce rentgenového záření s hmotou

Interakce rentgenového záření s prostředím, kterým prochází, závisí především na tom, jakou má toto záření energii a taktéž na samotném prostředí, zvláště pak na protonovém čísle atomů.

Můžeme zde pozorovat dva jevy, Comptonův rozptyl a fotoelektrický jev.

1.2.1 Comptonův rozptyl

Comptonův rozptyl je fyzikální děj, při kterém dochází ke změně vlnové délky elektromagnetického záření. Principem je interakce mezi fotonem vysoce energetického elektromagnetického záření, jako je rentgenové nebo gama záření, s volnými nebo valenčními elektrony elektronového obalu atomu. Při tomto ději foton rentgenového záření předá část své kinetické energie volnému nebo slabě vázanému elektronu. Přenos energie se uskuteční tak, že foton záření do tohoto elektronu narazí. Foton po srážce pokračuje ve svém pohybu, ovšem po vychýlené trajektorii o úhel φ , viz Obr. 5. Dochází k tzv. Comptonovu posuvu, to znamená že, rozptýlený foton bude mít delší vlnovou délku než foton původní. Tento rozptýlený foton pak bude mít nižší energii, než ten původní. Hodnota Comptonova rozptylu je závislá na úhlu rozptylu φ . [5, 7]

$$\Delta\lambda = \frac{h}{m \cdot c} \cdot (1 - \cos\varphi) \quad (6)$$

$$\Delta\lambda = \lambda' - \lambda \quad (7)$$

kde: λ - původní vlnová délka [m]

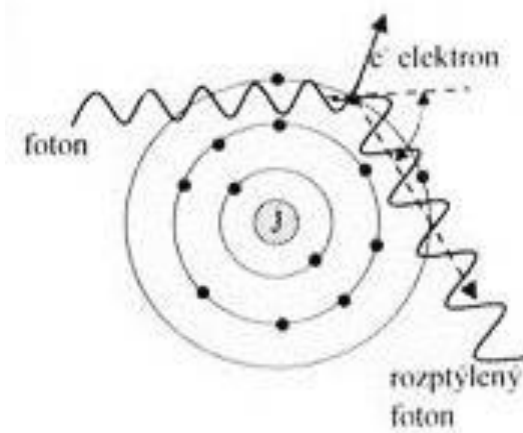
λ' - rozptýlená vlnová délka [m]

h - Plackova konstanta [$\text{kg} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]

m - hmotnost elektronu [kg]

c - rychlost světla [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$]

φ - úhel rozptylu [$^\circ$]



Obr. 5 Schéma Comptonova rozptylu. [24]

1.2.2 Fotoelektrický jev

Je to jev, při kterém dochází k emisi elektronů z látky, nejčastěji nějakého kovu, v důsledku absorpce - pohlcení dopadajícího elektromagnetického záření. Foton dopadajícího záření předá veškerou svoji kinetickou energii elektronu dané látky. Bude-li mít toto záření dostatečně krátkou vlnovou délku, pak bude elektron vyražen z elektronového obalu atomu, viz Obr. 6. Označujeme jej jako fotoelektron. Počet vyražených elektronů z materiálu nepřímo závisí na vlnové délce dopadajícího záření, to znamená, čím kratší vlnovou délku záření bude mít, tím více elektronů bude vyraženo.

Existují dva druhy fotoelektrického jevu:

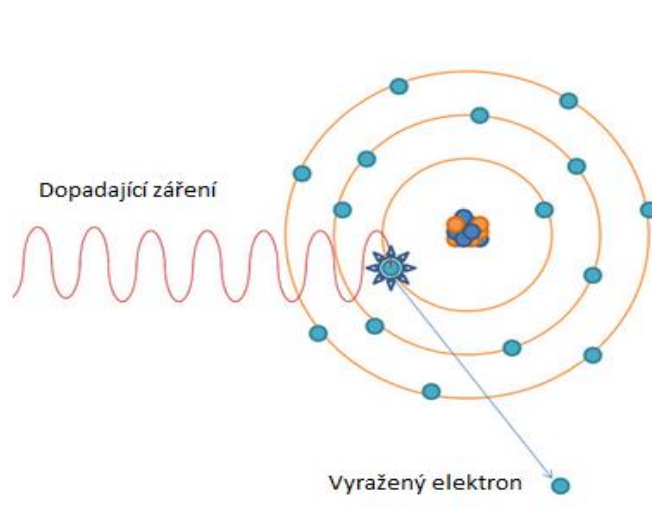
1.2.2.1 Vnější fotoelektrický jev

Při vnějším fotoelektrickém jevu dochází k absorpci fotonů dopadajícího elektromagnetického záření a uvolňování elektronů. Uvolňování elektronů se označuje jako fotoemise,

emitované elektrony proto označujeme jako fotoelektrony. Elektrony jsou uvolňovány z povrchu materiálu. [5, 7]

1.2.2.2 Vnitřní fotoelektrický jev

Při vnitřním fotoelektrickém jevu elektrony látku neopouští. V důsledku dopadajícího záření dochází pouze k excitaci elektronů a jejich přeskokům z valenčního do vodivostního pásu. Důsledkem tohoto jevu je zvýšení vodivosti. Tento děj se uplatňuje u polovodičů a dielektrik. [5, 7]



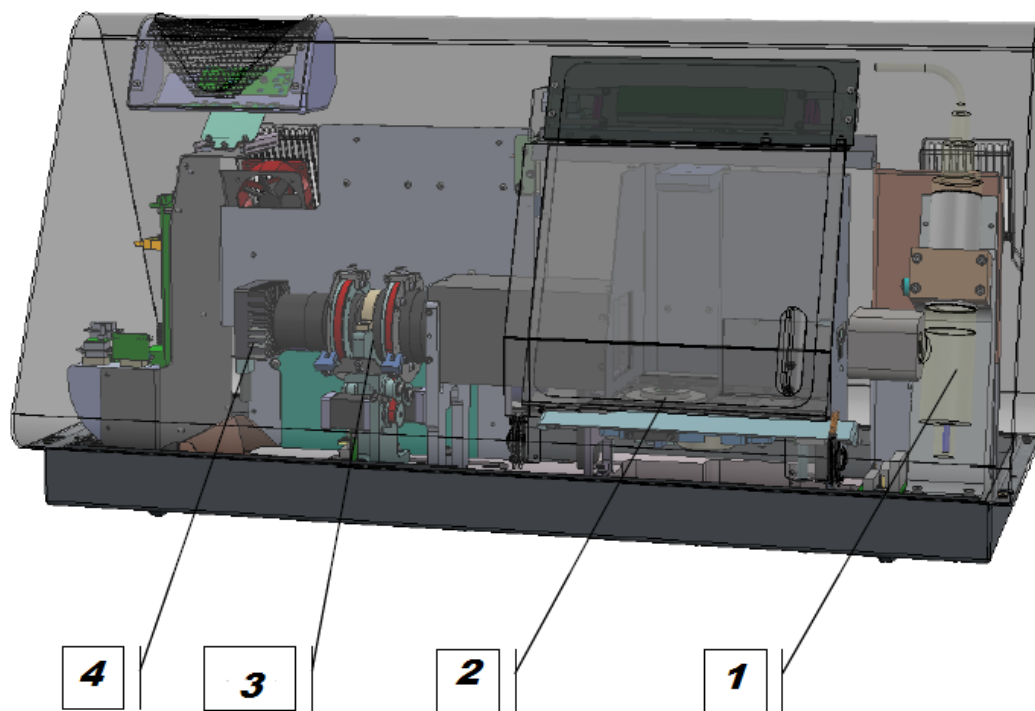
Obr. 6 Znáznornění fotoelektrického jevu. [23]

1.3 Konstrukce RTG mikrotomografu

Tomograf je ve své podstatě jednoduché zařízení. Skládá se z několika základních částí, které jsou však pro jeho funkci naprosto nezbytné. První důležitou součástí je zdroj rentgenového záření - tzv. rentgenka. Poté prostor, kam se umísťuje zkoumaný předmět. Další součástí je detektor, který zaznamenává intenzitu rentgenového záření, které prošlo skrze vzorek a posílá signál do kamery. Kamera poté vytváří obraz na základě signálu, který přichází z detektoru. Pořízený záznam poté putuje do počítače, který pomocí příslušného softwaru vytvoří výsledný obraz vzorku.

Celková konstrukce tomografu se odvíjí podle požadavků na typ a velikost zkoumaných vzorků. Obecně však platí, že čím většího rozlišení chceme dosáhnout, tím menší vzorek nebo jeho část musíme zkoumat. Proto velké průmyslové tomografy umožňují zkoumat objemné vzorky na úkor maximálního rozlišení, kterého lze dosáhnout u precizních vědeckých zařízení. Druhou zásadní věcí pro výběr vhodného tomografu pro daný typ vzorku je

výkon zdroje rentgenového záření, čím víc materiál záření pohlcuje, tím výkonnější zdroj potřebujeme.



Obr. 7 Konstrukce RTG Tomografu od společnosti Bruker, model 1174. 1- zdroj rentgenového záření (rentgenka); 2- prostor pro vzorek; 3- detektor; 4- kamera. [30]

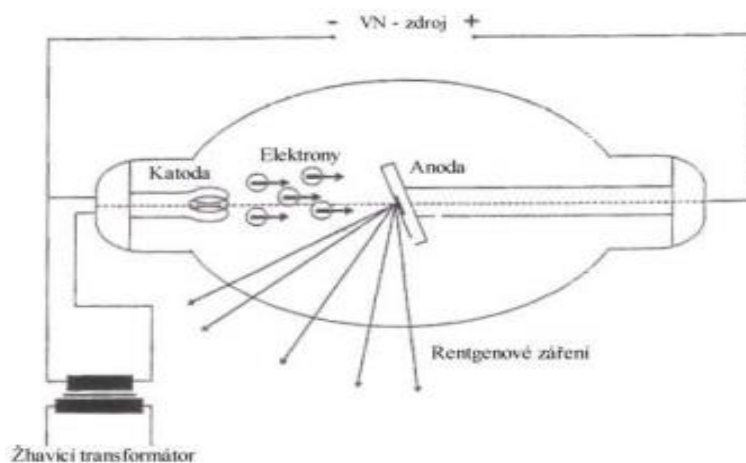
1.3.1 Rentgenka

Jedná se o umělý zdroj rentgenového záření. Rentgenka je tvořena skleněnou evakuovanou trubicí. Každá rentgenka obsahuje dvě elektrody, katodu a anodu. Na elektrody je přiloženo vysoké napětí, tzv. urychlující napětí. Napětí mezi katodou a anodou lze nezávisle na sobě regulovat. Hodnota urychlujícího napětí se pohybuje v řádu desítek až stovek kilovoltů, v některých případech se může používat napětí o hodnotách několika tisíc kilovoltů. [25, 29]

Katoda je záporně nabitá elektroda a je zdrojem elektronů, které následně dopadají na anodu. Má tvar spirály, která je žhavana elektrickým proudem a to pro zvýšení intenzity vylétávajících elektronů. Katoda bývá vyrobena z wolframu, který je velmi odolný vůči vysokým teplotám. [25]

Anoda je elektroda, která je nabitá kladně. Je to místo, kam elektrony, které vyletěly z katody, dopadají a ztrácí tak svoji kinetickou energii. Téměř veškerá tato energie se přemění na teplo a pouze ve velmi malé míře na rentgenové záření. Z tohoto důvodu je rentgenku nutné důkladně chladit. Při nižším urychlovacím napětí stačí, aby byla anoda chlazená vzduchem. Při vyšším napětí se používá rotační anoda, kdy se neustále mění místo dopadu elektronů. Anoda také může být chlazená vodou, nebo jiným chladícím médiem. Schéma rentgenky je uvedeno na Obr. 7. [25]

Čím větší proud na anodu přivedeme, tím tvrdší záření získáme. Také platí to že, čím větší proud přivedeme na katodu, tím bude rentgenové záření intenzivnější.



Obr. 8 Schéma rentgenky. [29]

1.3.2 Prostor pro vzorek

Na prostor pro vzorek, v případě rentgenové mikrotomografie, nejsou kladeny speciální požadavky. Zásadní částí tohoto prostoru je stolek, který je opatřen přesným mechanismem pro zafixování vzorku. Tento stolek musí umožňovat rotaci a posun vzorku v osách x, y, z, případně pouze v osách y, z.

V některých přístrojích se pro vycentrování vzorku používají komponenty, pracující na principu piezoelektrického jevu. Což nám umožňuje jednak velmi precizní uložení vzorku, ale i přesně dodržení jednotlivých kroků rotace vzorku, při jeho prozařování.

1.3.3 Detektor

Detektor je zařízení, které zaznamenává změnu určité sledované veličiny, tj. v tomto případě změnu intenzity dopadajícího rentgenového záření, které již prošlo přes zkoumaný vzorek.

Jako detektor se používá **scintilátor**.

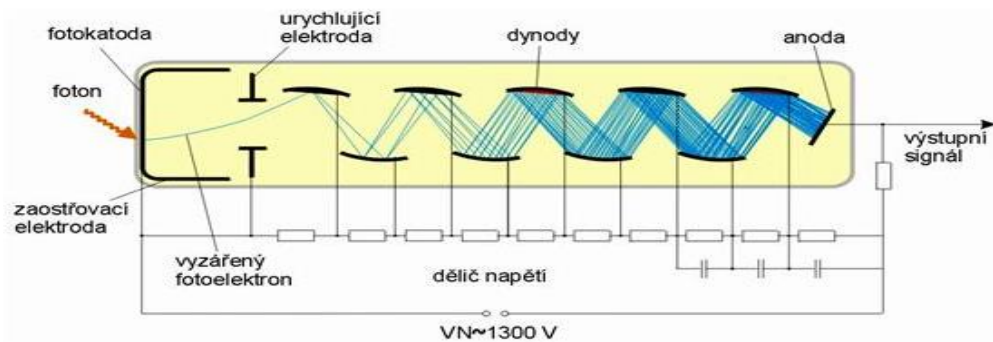
Principem scintilačního detektoru je to, že některé látky jsou schopny reagovat světelnými záblesky (scintilacemi) na dopadající ionizující záření. Tyto záblesky vznikají tak, že dopadající záření předá energii látce, neboli excituje elektron v elektronovém obalu atomu dané látky a při seskoku excitovaného elektronu zpět na základní hladinu dojde opět k vyzařování fotonu.

Takové látky musí dobře absorbovat dopadající záření, ale zároveň musí být schopny vyzařít určité množství fotonů a doba scintilace by měla být co nejkratší. Od doby scintilace se odvíjí tzv. mrtvá doba detektoru. Mezi nejpoužívanější látky, které mají tyto vlastnosti patří NaI. Jako scintilátory lze použít i látky organické, jako je například naftalen.

1.3.3.1 Fotonásobič

Nedílnou součástí scintilátoru je **fotonásobič**, který zesiluje velmi slabý signál, vycházející ze scintilátoru, na měřitelné hodnoty, před zobrazování pomocí kamery.

Funkce fotonásobiče je založena na fotoelektrickém jevu. To znamená, že vstupující foton dopadá na fotokatodu, ze které vyletují tzv. fotoelektrony. Tyto fotoelektrony jsou urychleny elektrickým polem, které vzniká mezi fotokatodou, urychlující elektrodou a zaostřovací elektrodou. Poté jsou usměrněny na tzv. dynody, to jsou elektrody uvnitř fotonásobiče. Na dynody je přiváděno napětí a pomocí děliče napětí je rozdělováno tak, že na první dynodě je napětí zhruba o 100 V vyšší než na fotokatodě a na každé další dynodě je napětí vyšší než na té předchozí. Dopadající fotoelektron dopadá na dynodu a na ní vyvolá sekundární emisi elektronů, to znamená, že jeden dopadající elektron vyvolá emisi ne jednoho, ale hned několika dalších elektronů. Tyto emitované elektrony jsou usměrněny na další dynodu. Dynod ve fotonásobiči je několik a na každé z nich dochází násobení počtu elektronů. Signál, který vystupuje z fotonásobiče je zesílen řádově až o 10^7 , viz obr. 8.



Obr. 9 Princip funkce fotonásobiče. [28]

1.3.4 Kamera

Kamera je v rentgenovém tomografu nutná k vytvoření obrazu zkoumaného objektu na základě dat, které přicházejí z detektoru - scintilátoru. Kamera tedy vytváří obraz na základě intenzity dopadajícího rentgenového záření a tento obraz poté odesílá do počítače, který poté pomocí příslušného softwaru rekonstruuje výsledný obraz daného předmětu.

1.3.5 Software pro rekonstrukci obrazu

Softwarové příslušenství slouží k rekonstrukci vzniklých 2-dimenzionálních projekcí na výsledný 3D obraz zkoumaného objektu. Umožňuje nám prohlížení obrazu a provádění řezů zkoumaným objektem a to v jakékoliv rovině.

Funkce rekonstrukčního softwaru je založena na principu tzv. back projection, neboli zadní projekce. Tento princip je nejstarší a nejjednodušší způsob rekonstrukce obrazu. Využívá se při něm algoritmu, pomocí něhož se přepočítává intenzita prošlého rentgenového záření v každém voxelu. Ke stanovení absorpce rentgenového záření v daném voxelu je nutné, aby záření tímto voxelu prošlo několikrát a také pod různými úhly. Konečné hodnoty absorpce v každém voxelu jsou vypočítány pomocí Fourierovy transformace nebo tzv. Feldkamp algoritmu. Hodnoty absorpce jsou následně přepočítávány na tzv. Hounsfieldovy jednotky. Tyto jednotky vyjadřují denzitu, což je míra absorpce záření v daném voxelu. Každé hodnotě Hounsfieldovy jednotky odpovídá určitý odstín šedé barvy. Voxely se poté v příslušném programu pro rekonstrukci seskládají a vytvoří se výsledný obraz zkoumaného předmětu.

Voxel (volume matrix element) je, podobně jako pixel, základní jednotkou obrazu. Voxel je však základní **prostorovou** jednotkou obrazu, naproti tomu pixel je plošná obrazová jednotka - čtverec. Voxel si můžeme představit jako krychli. [10, 26, 27]

1.3.6 Počítač

Počítač slouží hlavně pro sběr dat, umístění softwaru pro ovládání tomografu, softwaru pro rekonstrukci obrazu a programu pro obrazovou analýzu daného vzorku.

1.4 Aplikační možnosti metody

Tomografie je velmi všestranná zkušební a výzkumná metoda. Své uplatnění nachází v průmyslové praxi, při zkoumání nejrůznějších výrobků. Ale hraje velmi významnou roli i ve zdravotnictví.

Ve zdravotnictví je tato metodika označována jako tzv. CT, což znamená výpočetní tomografie (computed tomography). Využívá se například při diagnostice vnitřních poranění, ať už jde o vnitřní krvácení, ucpané cévy apod. Použitím tomografie lze lokalizovat i případné ložisko tumoru. Tato metoda pracuje na stejném principu jako rentgenová tomografie, avšak místo vzorku materiálu se zkoumá tělo pacienta. V přístroji nerotuje pacient, ale rotuje kolem jeho těla zdroj záření, tedy rentgenka a také detektor. [31]

Pro určitý druh vyšetření je nutné použít kontrastní látky a to proto, že některé tkáně v lidském těle mohou absorbovat srovnatelné množství rentgenového záření a mohou tak splývat. Kontrastní látka se tedy používá pro zvýraznění dané části lidského těla a to například žaludku, při vyšetření trávicího traktu nebo oběhového systému. [33]

Tomografie nachází své uplatnění také v průmyslové praxi. Používá se například při kontrole odlitků se složitou strukturou, jako jsou součásti spalovacích motorů, lopatky turbín proudových motorů. Dále se může využít při zkoumání vrstevnatých konstrukcí, kompozitů a vysoce namáhaných keramických dílů. [32]

Tuto metodu můžeme použít při kontrole předmětů z jakéhokoliv materiálu, ať už se jedná o polymer nebo kov. Tomografie se používá především při lokalizaci poruch hlavně ve vnitřní struktuře materiálu, jelikož charakterizace vnitřní struktury je právě hlavní výhodou rentgenové tomografie. Jak bylo naznačeno výše rentgenová tomografie nachází své uplatnění v mnoha odvětvích lidské činnosti. Tato metoda se může využít například pro 3D analýzu rostlinných mikrostruktur. Nutno dodat, že při prozáření vzorku rentgenovým zářením dochází k poškození rostlinné tkáně, tj. zničení buněčných stěn. V takovémto případě tato metoda není tak úplně nedestruktivní, avšak její výhodou je velké prostorové rozlišení a zobrazení. [17]

Využití v paleontologii

Rentgenová tomografie nachází uplatnění v paleontologii, při zkoumání struktury fosílií. Nesporné výhody této metodiky lze demonstrovat při jejím srovnání s využitím optické mikroskopie pro charakterizace povrchu vzorku. Mikroskopie je ve srovnání s tomografickým měřením velmi rychlá. Avšak při zkoumání vnitřní struktury zkamenělin pomocí mikroskopie musíme vzorek rozřezat, navíc nejsme schopni vytvořit trojrozměrný model daného vzorku. Nicméně zásadní podmínkou unikátních vzorků je, že by jejich zkoumání mělo být nedestruktivní v zájmu jejich zachování. Zjednodušeně řečen, velkými výhodami rentgenové tomografie jsou: vytvoření trojrozměrného modelu vzorku; informace o vnitřní struktuře, bez nutnosti jakékoliv úpravy vzorku. [14]



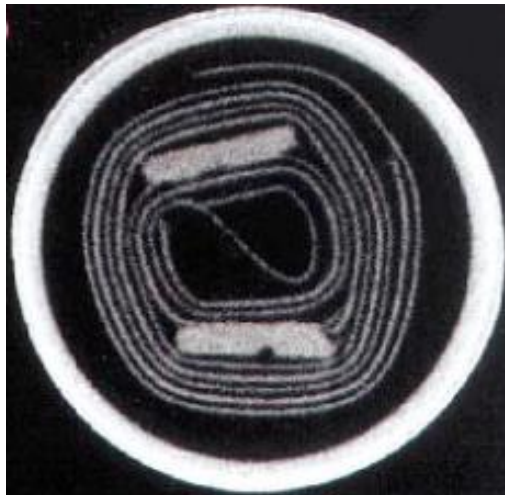
Obr. 10 Rekonstrukce lebeční kosti. [14]

Využití ve strojírenství

Tomografie se rovněž hojně využívá ve strojírenství a elektrotechnickém průmyslu při zkoumání vnitřní struktury používaných materiálů a pro vizualizaci vnitřní struktury výrobků. Dřívější techniky často vyžadovaly destrukci testovaného vzorku, to ale může být v některých případech nežádoucí při lokalizaci a pochopení problematických kroků výroby. Tomografie se tedy využívá tehdy, kdy je potřeba zachovat celistvost zkoumaného vzorku. Nutno dodat, že celistvost vzorku může být zachovat pouze tehdy, pokud má předmět takové rozměry, které umožňují jeho umístění a rotaci uvnitř prostou pro vzorky v příslušném tomografu.



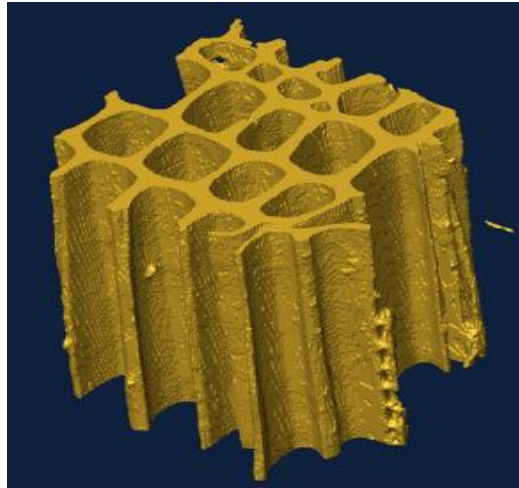
Obr. 11 Boční pohled na prosvícenou elektronickou součástku. [1]



Obr. 12 Řez elektronickou součástkou vyobrazenou na předešlém obrázku. [1]

Vizualizace struktury dřeva

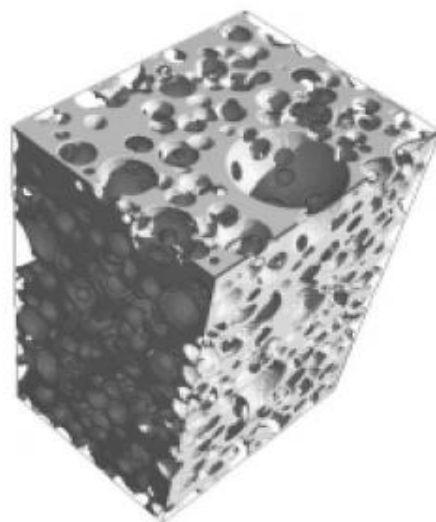
Rentgenová tomografie může být využita rovněž při charakterizaci struktury vzorků dřeva. U vzorků dřeva nás nejvíce zajímá jeho pórovitost, velikost a tvar pórů. Pórovitost má významný vliv na mechanické vlastnosti daného materiálu. Rentgenová tomografie může být také vhodná pro charakterizaci kompozitů na bázi dřeva, které se používají především pro výrobu obkladových nebo protihlukových materiálů. [13]



Obr. 13 Příklad 3D vizualizace struktury dřeva. [13]

Analýza zrnitých a pórovitých materiálů

Rentgenová tomografie je velmi účinným nástrojem pro charakterizaci pórovitých materiálů. S její pomocí můžeme získat informace o povrchu, rozložení a velikosti jednotlivých pórů v celém objemu vzorku. Následnou obrazovou analýzou jsme schopni určit objem otevřených a uzavřených pórů, tím pádem i celkovou pórovitost daného vzorku. Na obr.14 je uveden příklad 3D model polyuretanové pěny po obrazové rekonstrukci. [15, 16]

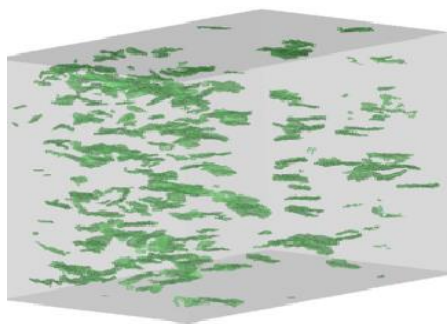


Obr. 14 3D model vzorku PU pěny s převážně uzavřenými póry. [16]

Analýza svařovaných spojů

Rentgenová tomografie v kombinaci s obrazovou analýzou může být využita pro nede-
struktivní zobrazení trhlin a vad ve svařovaných spojkách. Obrazová analýza je nástroj pro
zjištění povahy těchto vad. S její pomocí jsme schopni zjistit jejich počet, tvar, délku,
tloušťku a orientaci. [18]

Na obr.12 je znázorněn vzorek svařovaného spoje po obrazové analýze. Zelenou barvou
jsou zvýrazněny trhliny.



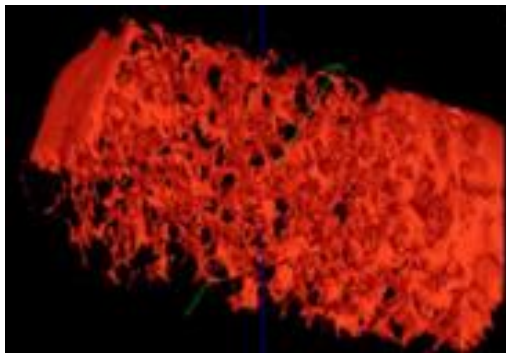
Obr. 15 Vzorek svařovaného spoje po obrazové analýze se zeleně vyobrazenými trhlínami.

[18]

Analýza vnitřní struktury kostí

Rentgenová tomografie může být využita jako alternativní metoda pro charakterizaci vnitř-
ní struktury kostí. Tato metoda je důležitá při vyšetření různých kostních chorob, jako je
například osteoporóza. Toto onemocnění je charakteristické tím, že dochází k tvorbě pórů a
řidnutí kostní tkáně. Pomocí této metody jsme tak schopni zjistit zda je nebo není kost v
některých oblastech oslabena.

Na tomto příkladu je opět vidět, jak je rentgenová tomografie důležitým diagnostickým
nástrojem v biomedicínské oblasti. [19]



Obr. 16 3D vizualizace vnitřní struktury kosti. [19]

2 PÓROVITÉ MATERIÁLY

Pórovité materiály se používají v mnoha odvětvích lidské činnosti. V chemii a chemické technologii se tyto materiály většinou používají jako porézní katalyzátory, adsorbenty, membrány, izolační materiály. Mezi nejznámější polymerní porézní materiály patří například pěnový polystyren nebo polyuretan. Porézní materiály se také hojně využívají ve stavebnictví - jsou to např. lehčené betony, cihly, omítky, izolační vrstvy aj.

Pórovité materiály jsou tedy pevné látky, které jsou charakteristické tím, že se v jejich struktuře nacházejí póry. Z hlediska počtu pórů nutno dodat, že se jedná o materiály z velké části vyplněné nebo pokryté dutinami, tj. póry z toho plyne, že póry se mohou vyskytovat v celém objemu daného materiálu, nebo pouze na jeho povrchu. Zjednodušeně řečeno póry můžeme chápat jako dutiny ve struktuře daného materiálu. [8, 21]

Pórovitost neboli pórozitu můžeme definovat jako poměr objemu dutin (pórů) ku celkovému objemu materiálu. Což je patrné z následující rovnice (5). Pórovitost je bezrozměrná veličina a může nabývat hodnot v intervalu od 0 do 1. Může se také vyjadřovat v procentech. [8, 21]

$$\Psi = \frac{V_0}{V} \quad (5)$$

kde: Ψ - pórovitost [-], [%]

V_0 - celkový objem pórů [m^3]

V - celkový objem materiálu [m^3]

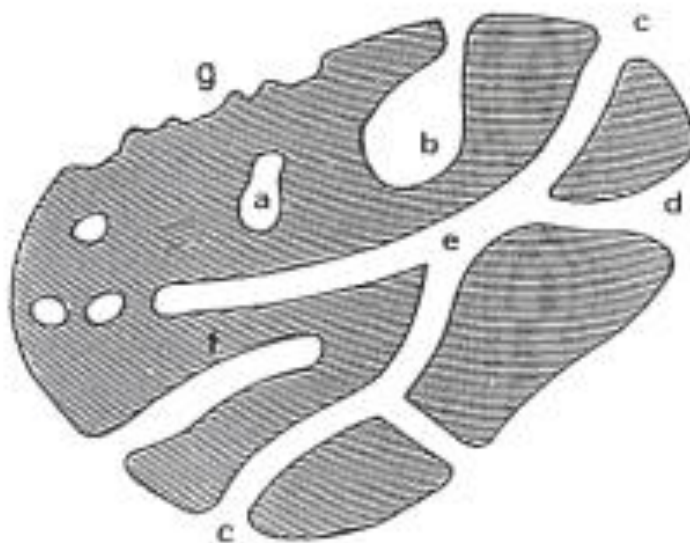
Materiály, které obsahují póry nebo dutiny můžeme rozdělit na tzv. porézní a transportní. Porézní materiály obsahují 30 - 40 % pórů. Druhá skupina - tzv. transportních materiálů, jich obsahuje mnohem více. Nutno dodat, že velikost a tvar pórů ovlivňuje chování daného materiálu a má také velký vliv na jeho mechanické vlastnosti. Čím větší je pórovitost daného materiálu, tím horší budou jeho mechanické vlastnosti, jakou jsou například pevnost, modul pružnosti.

Například kovy vykazují takřka nulovou pórovitost, naproti tomu izolační materiály jsou tvořeny převážně póry.

Příklady pórovitých materiálů:

- přírodní: dřevo, horniny, půda, kosti
- syntetické: polyuretanové pěny, kovové pěny, beton

2.1 Rozdělení pórů



Obr. 17 Znárodnění druhů a tvarů pórů [6]

Póry a porézní materiály lze rozdělit podle dvou základních kritérií, viz. obrázek 17:

druh pórů: a-uzavřené póry; b,c,d,e,f-otevřené póry; b,f-slepé póry,

tvar pórů: c-valcový otevřený; d-nálevkovitý; f-válcový slepý; g-drsnost povrchu.

2.2 Otevřené a uzavřené póry

Mezi otevřené póry patří ty, které jsou spojeny s povrchem materiálu. Tvoří jednu část z celkové pórovitosti tzv. otevřenou pórovitost. Otevřené póry mohou vznikat při úniku plynu během výroby, postupným odpařováním vody, provzdušněním nebo přidáním nadouvadla. Tyto póry ovlivňují například nasákavost, navlhavost, schopnost pohlcování zvuku, schopnost difuze plynů a kapalin do materiálu.

Póry, které nejsou spojeny s povrchem se označují jako uzavřené a tvoří tak uzavřenou pórovitost. Tyto póry neumožňují difuzi kapalin a plynů do materiálu. Vznikají například při slinování keramiky.

Pokud sečteme hodnoty otevřené a uzavřené pórovitosti, dostaneme hodnotu celkové pórovitosti. [8, 21]

2.3 Rozdělení podle velikosti pórů

Pórovité materiály mohou ve své struktuře obsahovat póry různých tvarů a velikostí. Podle velikosti pórů se tedy mohou dělit na:

2.3.1 Mikropórovité

Mikropórovité materiály jsou ty, které ve své struktuře obsahují póry menší než 2 μm .

U mikropórů se rozlišují ještě tzv. ultramikropóry a supermikropóry.

Ultramikropóry jsou ty nejmenší, respektive nejužší póry.

Zatímco supermikropóry tvoří pomyslnou hranici mezi mikropóry a mezopóry. Jejich rozměry jsou bližší spíše mezopórum.

2.3.2 Mezopórovité

Jako mezopórovité označujeme materiály, v jejichž struktuře nalezneme póry o velikosti

2 - 50 μm .

2.3.3 Makropórovité

Makropórovité materiály ve své struktuře obsahují póry větší než 50 μm . [6]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

3 SPECIFIKACE POUŽITÉHO TOMOGRAFU

Pro charakterizaci vzorků porézních materiálů byl využit rentgenový mikrotomograf od společnosti Bruker (dříve SKYSCAN), typ 1174. Jedná se o stolní, laboratorní tomograf.

Parametry přístroje:

- rozměry a hmotnost: 810 × 325 × 420 mm, 54 kg
- rentgenka: urychlovací napětí 1 - 50 kV, maximální výkon 40 W
- rozlišení: 6 - 30 μm
- detektor: CCD kamera 1,3 Megapixel, připojena na scintilátor
- velikost vzorku: 5 - 30 mm v průměru, 50 mm na výšku



Obr. 18 Použitý rentgenový mikrotomograf od společnosti Bruker, typ 1174.

4 POUŽITÉ VZORKY A JEJICH PŘÍPRAVA

V souladu s hlavním cílem této práce byla zvolena následující sada vzorků:

- Cigareta,
- Dřevo,
- PUR pěna (otevřené póry),
- Lehčený (nadouvaný) polymer (otevřené + uzavřené póry),
- Čokoláda (převážně uzavřené póry).

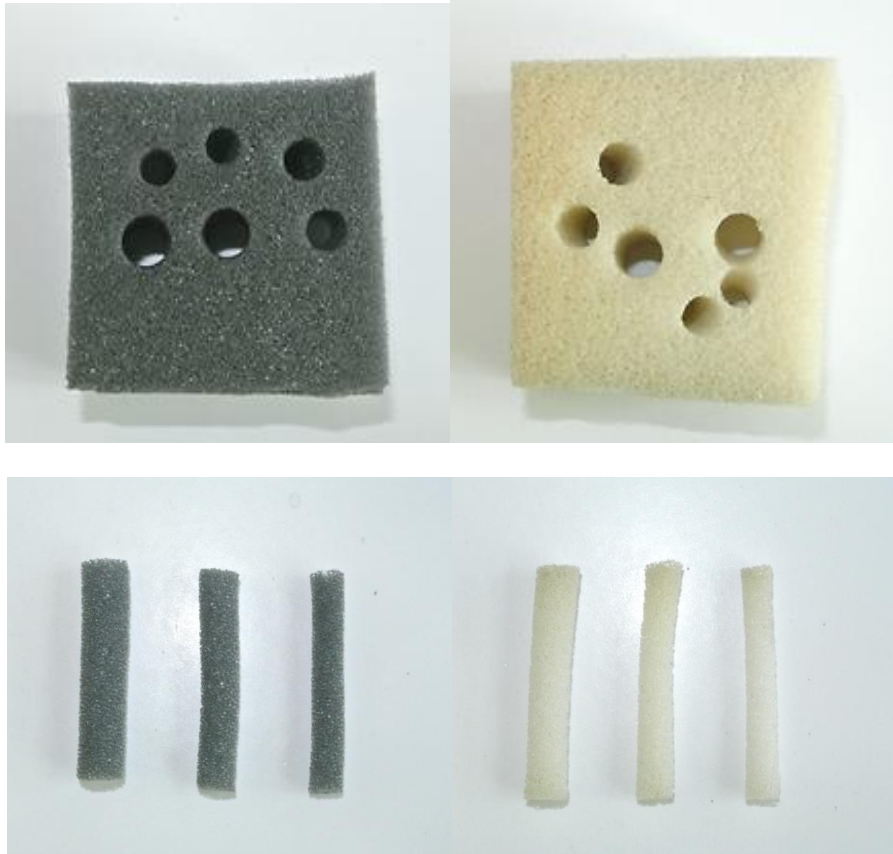
Z pohledu způsobu přípravy vzorků je tato metodika velmi nenáročná.

V prvním kroku je třeba upravit velikost zkoumaného vzorku, aby vyhovovala požadavkům na maximální rozměr vzorku, viz. specifikace v předešlé kapitole. Nutno dodat, že pro zobrazování při maximálním rozlišení jsou nejlepší (nezbytné) co nejmenší vzorky z hlediska jejich průměru. Tento požadavek vyplývá z faktu, že snímaný vzorek nesmí během své rotace v tomografu přesahovat, či vybočovat ze zorného pole. S ohledem na tento požadavek nevyžadovala žádnou úpravu pouze cigareta. Vzorky PUR pěny pro snímání byly připraveny pomocní raznice, tak abychom dostali válcovitý vzorek o průměru v rozsahu 5 až 10 mm, viz Obr. 19.

Z hlediska dodavatelů zkoumaných materiálů tak lze konstatovat, že jejich podrobnější specifikace není podstatná vzhledem k cílům této práce.

Vyobrazení dalších použitých vzorků je uvedeno na Obrázku 20.

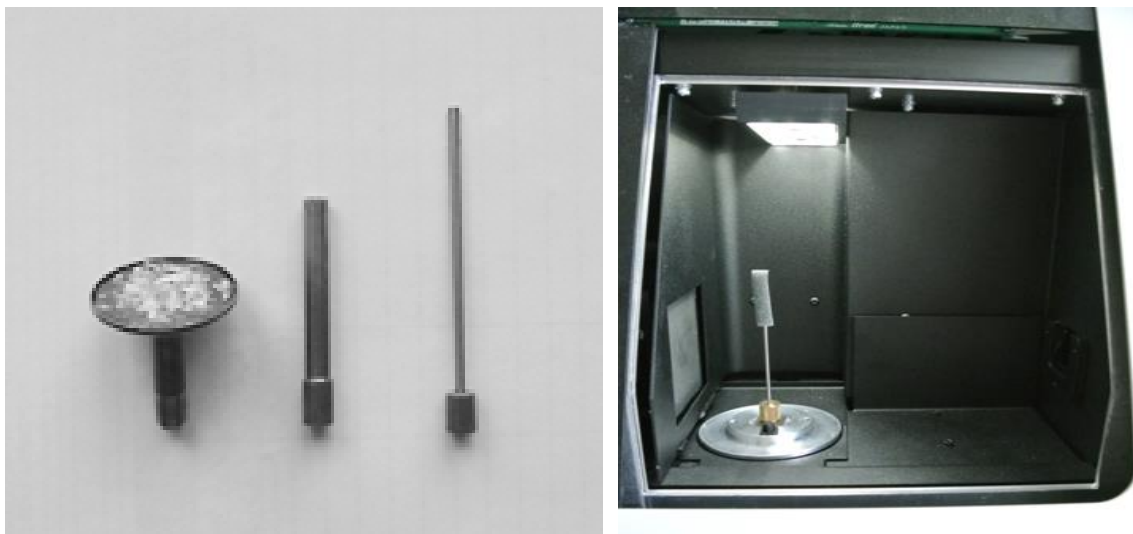
V druhém kroku je třeba připevnit vzorek k některému z dostupných držáků v podobě trnu nebo terčíku, viz Obr. 21. Uchycení vzorku musí být dostačující s ohledem na rotační pohyb, který vzorek v přístroji vykonává. Pokud vzorek nelze napíchnout na trn, tak lze s výhodou požit oboustrannou lepicí pásku nebo plastelínu, která je zejména vhodná pro uchycení velmi členitých vzorků.



Obr. 19 Použité PUR pěny se znázorněním způsobu přípravy vzorků pro měření. Vzorek S3535 (vlevo), vzorek CHMR (vpravo).

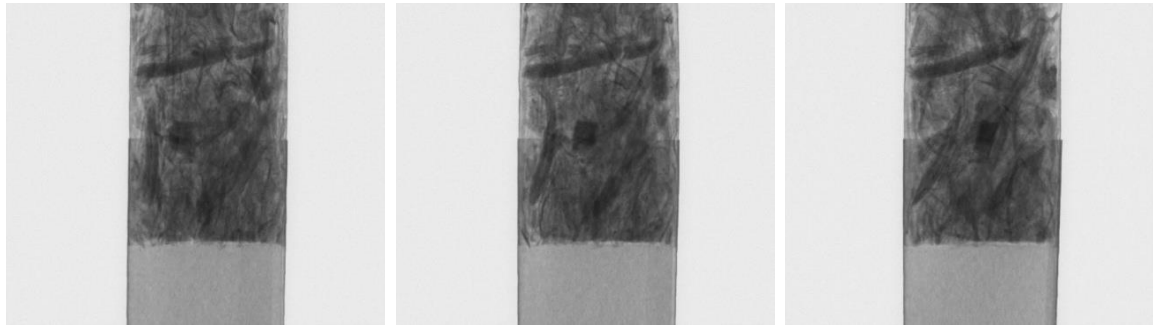


Obr. 20 Vyobrazení dalších vzorků pro charakterizaci jejich porózní struktury. Vlevo nadouvaný polymerní vzorek (nadouvaný polystyren). Vpravo nadouvaná čokoláda (Milka Bubly).



Obr. 21 Typy trnů a terčůk (vlevo) pro uchycení vzorku v prostoru pro vzorek (vpravo).

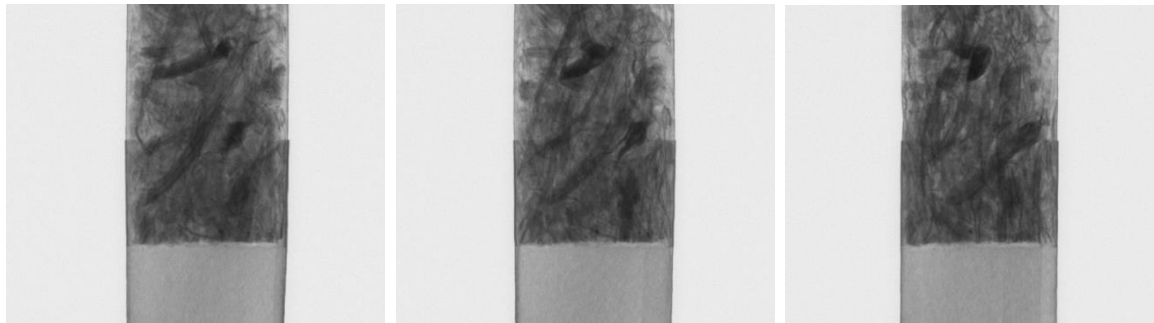
5 JEDNODUCHÁ DEMONSTRACE PRINCIPU RENTGENOVÉ MIKROTOMOGRAFIE



Úhel 0° (výchozí pozice)

Úhel 21°

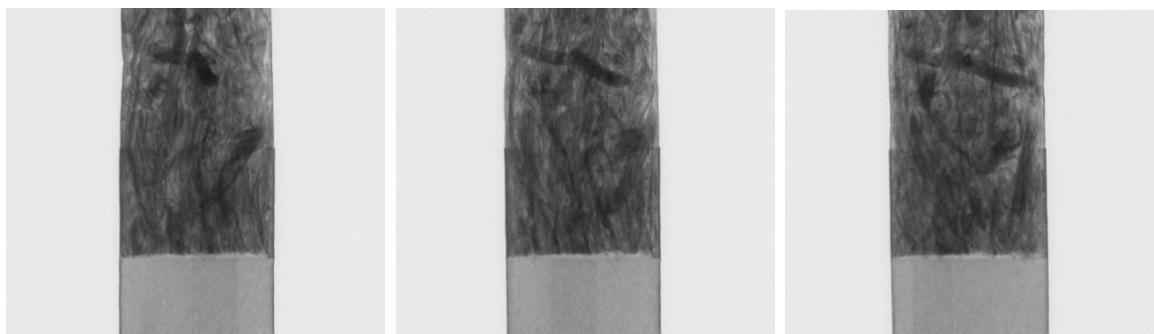
Úhel 42°



Úhel 63°

Úhel 84°

Úhel 95°



Úhel 116°

Úhel 137°

Úhel 158°

Obr. 22 Znáznornění principu rentgenové mikrotomografie pomocí změny absorpce záření kousky tabáku. Pod obrázky jsou uvedeny úhly otoční vzorku.

Jak bylo uvedeno v teoretické části práce, princip této metody spočívá v rotaci a postupném prozařování zkoumaného objektu rentgenovým zářením. Změnu rozložení materiálu uvnitř vzorků můžeme pozorovat v podobě tmavších a světlejších míst na pořízeném obra-

zu. Jedním z hezkých vzorků, na kterém lze demonstrovat proces snímání vzorku před vlastní rekonstrukcí obrazu je cigareta, viz Obr. 22. Na tomto obrázku můžeme vidět rozdílnou absorpci kousků tabáku. Ve spodní části obrázku je filtr cigarety. Za pozorování stojí válcovitý - tyčinkovitý útvar (kousek tabáku) v horní třetině obrazu. Na tomto útvaru můžeme pozorovat, jak se mění jeho absorpce s jednotlivými kroky rotace. Nejdříve vidíme tyčinkovitý útvar, který s postupnou rotací přechází do oválného tvaru s větší absorpcí, tj. záření prochází před větší „delší“ množství materiálů s vyšší absorpcí. S dalšími kroky pootočení můžeme opět pozorovat „prodlužující se tyčinkovitý útvar.

6 NASTAVENÍ SKENOVÁNÍ

Po zapnutí přístroje je nutné nastavit vlastní měření. Na výslednou kvalitu skenu má vliv několik aspektů:

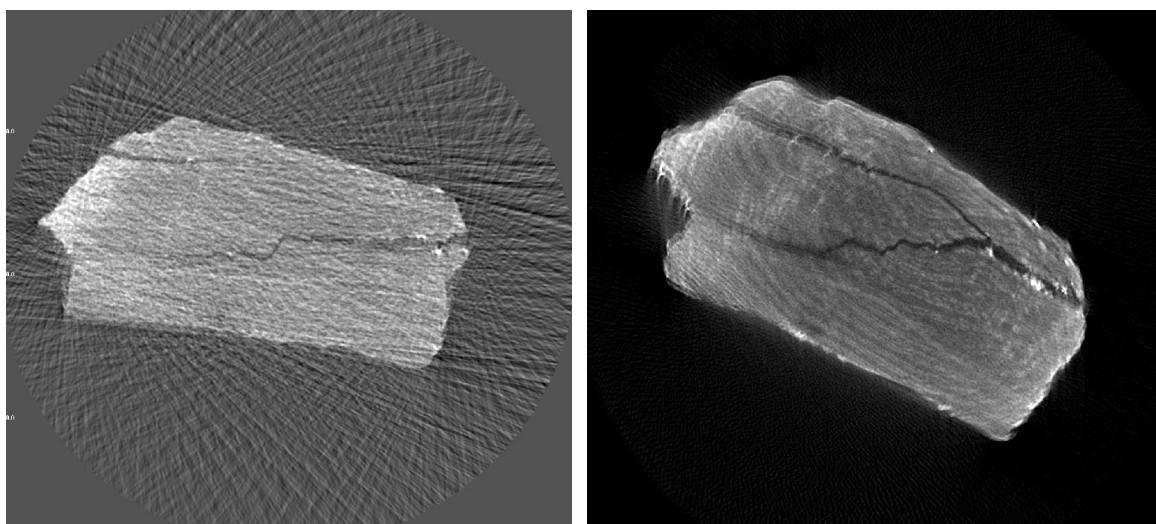
- výkon rentgenky
- expoziční čas
- rotační krok
- počet průměrovaných snímků v jednom kroku
- další volitelné funkce (Flat-field corrections, Random movement, 360° scanning)

Výkon rentgenky a expoziční čas se volí podle druhu materiálu. Jak je známo materiály s vysokým protonovým číslem, jako jsou například kovy, výrazně absorbují rentgenové záření. Pokud zkoumáme vzorky z takových materiálů, pak výkon rentgenky musí být dostatečně vysoký na to, abychom vzorek dokázali prosvítit. Při charakterizaci takových vzorků můžeme popřípadě využít i různých filtrů, viz Obr. 23, které pohltí část spektra rentgenového záření. V případě této práce byly zkoumány vzorky „málo“ absorbujících materiálů. Proto musel být výkon rentgenky dostatečně snížen. Při nastavení výkonu rentgenky je rozhodující urychlující napětí a proud. Čím vyšší hodnotu urychlujícího napětí zvolíme, tím bude výkon rentgenky vyšší. Nutno dodat, že pomocí použitého zařízení (Bruker 1174), není možné charakterizovat silně absorbující materiálů vzhledem k omezenému výkonu použité rentgenky.



Obr. 23 Příklad hliníkového filtru, pro odstranění měkké části spektra RTG záření.

Dalším aspektem, který má velký vliv na kvalitu měření je rotační krok, uváděný ve stupních. Je to úhel, o který se vzorek v každém kroku pootočí. Pro dosažení kvalitního naskenování vzorku je optimální zvolit co nejmenší krok rotace, například $0,5^\circ$. Na druhou stranu, každé zmenšení rotačního kroku znamená významné prodloužení doby skenování vzorku. Na Obr. 24 je vidět naměřený příklad nevhodně zvoleného rotačního kroku pro vzorek, jímž byl kousek dřeva z jehličnatého stromu.



Obr. 24 Vliv nastavení rotačního kroku na kvalitu prostorové rekonstrukce zkoumaného vzorku. Pro obrázek vlevo byl nastaven rotační krok 4° pro obrázek vpravo rotační krok $0,8^\circ$.

Dalším důležitým faktorem determinujícím kvalitu výsledného obrazu a následné prostorové rekonstrukce je počet snímků v každém rotačním kroku. Příslušný software následně pořízené snímky z daného rotačního kroku zprůměruje a vytvoří jeden (nejostřejší) snímek, který uloží. Čím více snímků program zprůměruje, tím lze očekávat vyšší kvalitu rekonstrukce prostorového uspořádání materiálu. Optimální je průměrovat 10 až 20 snímků v každém rotačním kroku.

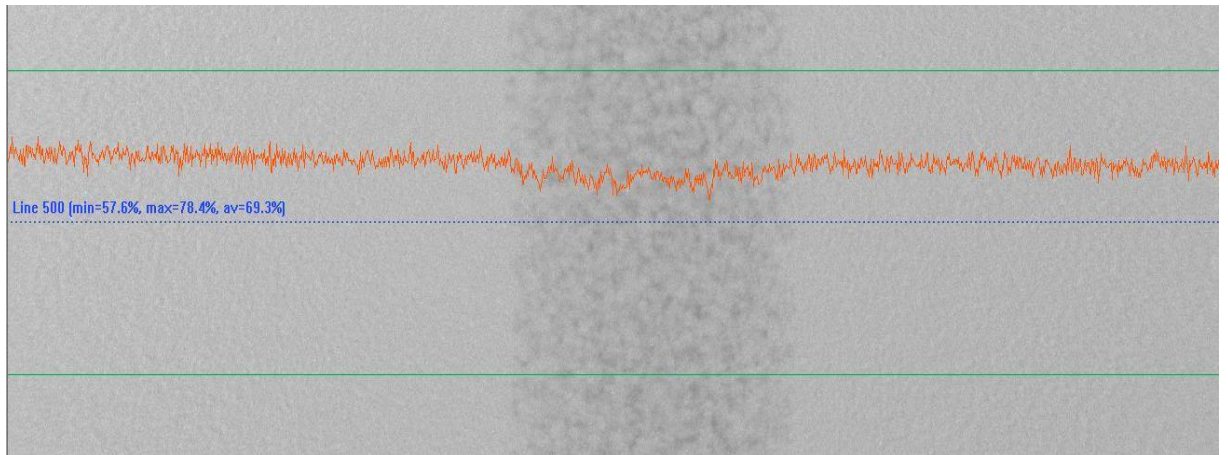
Expoziční čas je doba, po kterou vzorek prozařujeme a detektor sbírá signál. Expoziční čas se udává v milisekundách. Čím je expoziční čas delší, tím déle, v daném rotačním kroku vzorek prozařujeme. Volba vhodného expozičního času se odvíjí od toho, jaký vzorek skenujeme. Příliš krátká doba expozice má za následek to, že nedosáhneme optimálního kontrastu vzorku vůči pozadí. Avšak příliš dlouhý čas expozice má za následek to, že výsledný obraz bude tzv. přexponovaný - přesvícený. Volba expoziční doby záleží i na zvoleném výkonu rentgenky. Jinými slovy expoziční čas volíme podle nastaveného výkonu rentgen-

ky a povahy daného vzorku. Obecně pro vzorky polymerních materiálu je vhodné zvolit delší expoziční čas a nižší výkon rentgenky.

Flat-field corrections je funkce, pomocí které jsme schopni zkorigovat rozdíly mezi světelností jednotlivých pixelů, provede tak korekci pozadí. Tuto korekci lze provést buďto pro aktuální zvětšení nebo pro všechna zvětšení.

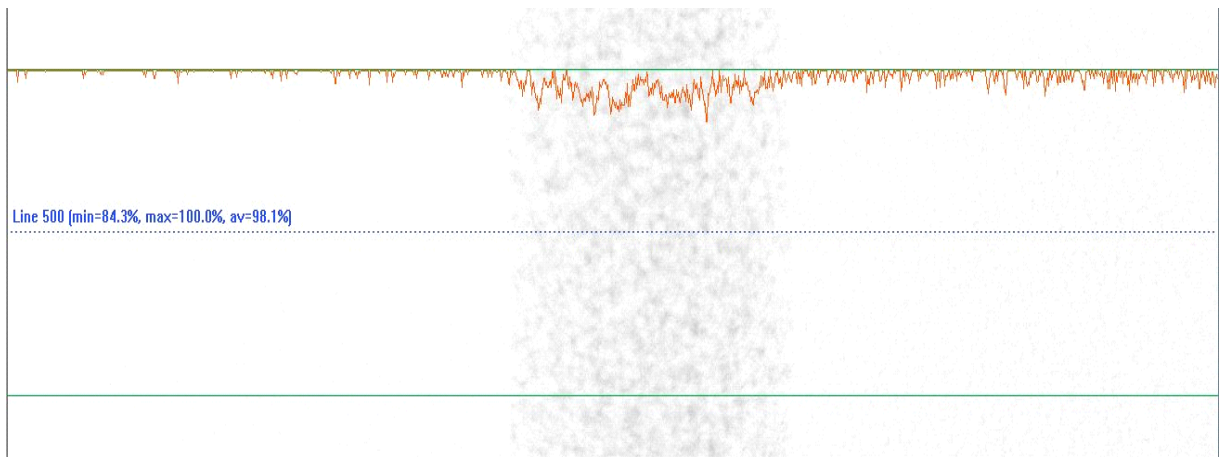
Funkce 360° scanning znamená to, že se vzorek při měření otočí, po jednotlivých krocích o celých 360° (standardně se otáčí o 180°). Tato funkce je vhodná při skenování vzorků nepravidelných tvarů. Pokud skenujeme homogenní vzorek, jako je například polyuretanová pěna, tuto funkci nemusíme využít. Tato funkce zhruba dvojnásobně prodlouží celkovou dobu skenování.

Červená křivka na Obr. 25 a 26 nám ukazuje rozdíly v hodnotách kontrastu. Z této křivky detekované pro 500 linií jsou počítány minimální, maximální a střední hodnoty kontrastu. Podle doporučení od výrobce použitého tomografu, by se měla střední hodnota kontrastu pohybovat okolo 60 %. Nicméně pro analyzované vzorky vycházela nejlépe hodnota okolo 90%, viz. obrázek 26. Tato hodnota byla stanovena na základě experimentálních poznatků spojených s měřením a rekonstrukcí obrazu pro daný typ vzorku (PUR pěnu). Nutno poznamenat, že není vhodné, aby maximální zaznamenávaná hodnota kontrastu dosahovala 100%.



Linie 500, Min. = 57,6%; Max. = 78,4%; Av.= 69,3%

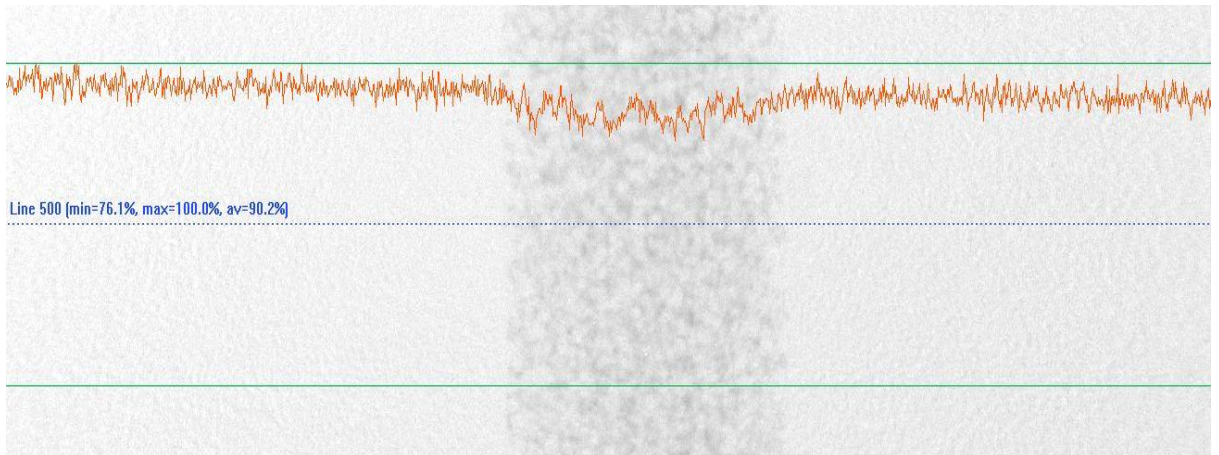
Urychlující napětí 25 kV, proud 800 μ A, výkon rentgenky 20 W, expoziční čas 9000 ms, zoom 20 μ m - **nedostatečný kontrast vůči pozadí.**



Linie 500, Min. = 84,3%; Max. = 100%; Av.= 98,1%

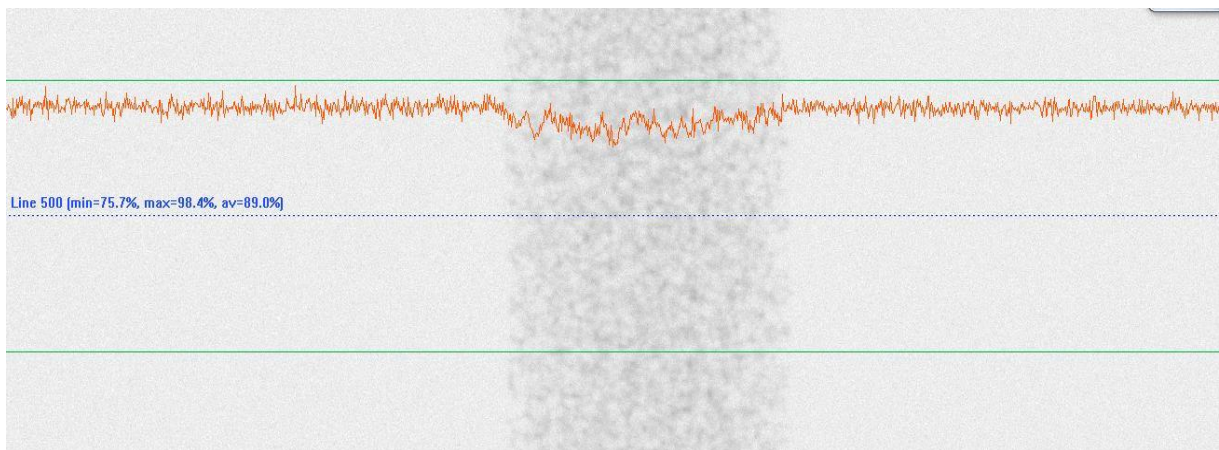
Urychlující napětí 28 kV, proud 800 μ A, výkon rentgenky 22 W, expoziční čas 9000 ms, zoom 20 μ m – **přexponováno.**

Obr. 25 Znárodnění vlivu výkonu rentgenky a expoziční doby na změnu kontrastu obrazu měřeného vzorku PUR pěny.



Linie 500, Min. = 76,1%; Max. = 100%; Av.= 90,2%

Urychlující napětí 25 kV, proud 800 μ A, výkon rentgenky 20 W, expoziční čas 11000 ms, zoom 20 μ m - **vhodnější kontrast vůči pozadí.**



Linie 500, Min. = 75,7%; Max. = 98,4%; Av.= 89,0%

Urychlující napětí 25 kV, proud 800 μ A, výkon rentgenky 20 W, expoziční čas 9000 ms, zoom 20 μ m + falt-field corection – **nejvíce vhodný kontrast vůči pozadí – PROBÍHALO MĚŘENÍ.**

Obr. 26 Znárodnění vlivu výkonu rentgenky a expoziční doby na změnu kontrastu obrazu měřeného vzorku PUR pěny.

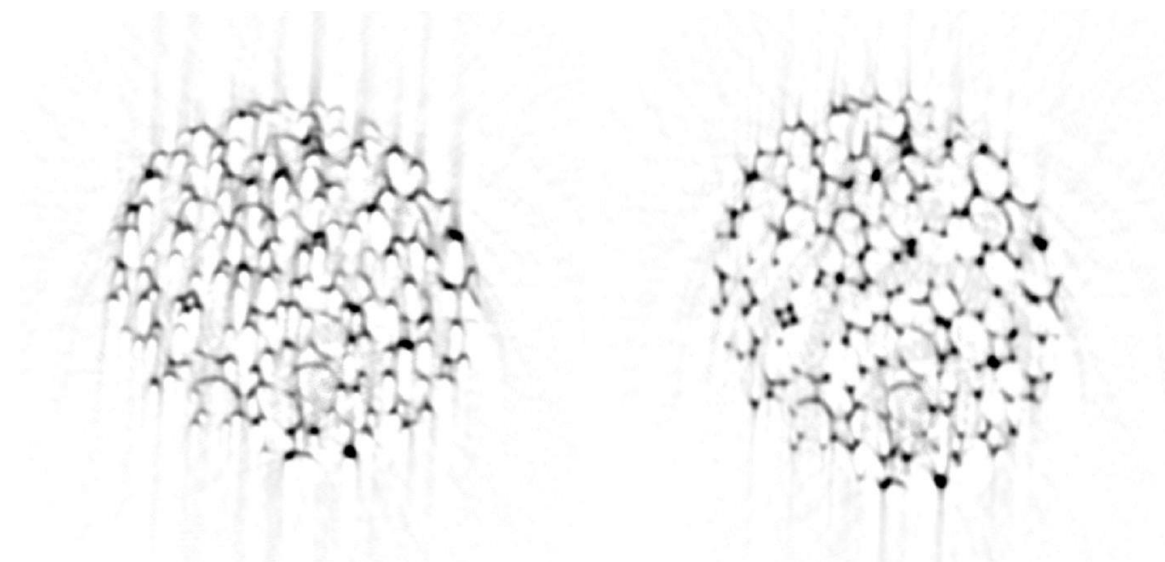
7 REKONSTRUKCE OBRAZU

Po dokončení skenování daného vzorku je nutné zrekonstruovat výsledný prostorový model objektu z dvoudimenzionálních projekcí, jako jsou například naznačeny na obrázku 22. K tomu účelu slouží dodávaný software s názvem NRecon. Software pracuje tak, že obrazy z jednotlivých rotačních kroků pomocí matematických algoritmů seskládá do jednoho výsledného obrazu, příčného řezu plochou. Daný řez plochou je rekonstruován z informací obsažených v jednotlivých řádcích zaznamenané 2D projekce.

Po načtení příslušného datasetu do výše uvedené softwaru, je nezbytné provést náhled na jeden příčný řez. V závislosti na kvalitě tohoto výsledků mohou (nebo musí) být uživatelem provedeny obrazové korekce. Pro úplnost je nutno uvést, že dataset je soubor všech obrazů, které přístroj během skenování pořídil.

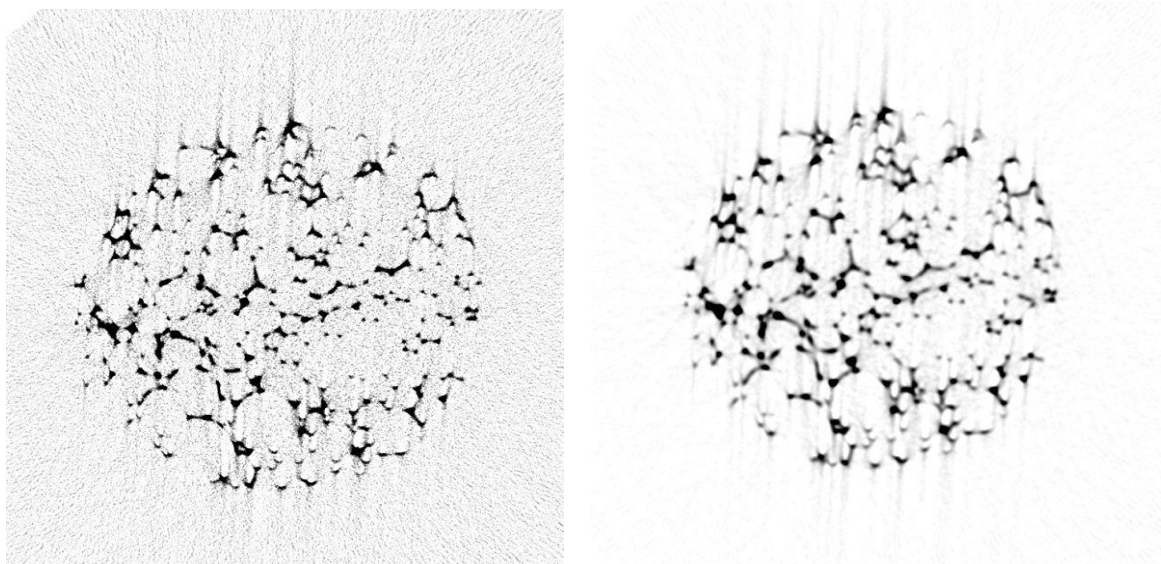
V programu NRecon lze provádět následující úpravy:

Post-alignment s pomocí této funkce můžeme dodatečně eliminovat výchylinky v obraze způsobené nedokonalostmi vzorku a použitého zařízení. Příklad aplikace této korekční funkce na řez měřenou PUR pěnou je uveden na Obr. 27. Z tohoto obrázku je patrná částečná eliminace „stínů a zdvojení“ jednotlivých stěn daného vzorku.



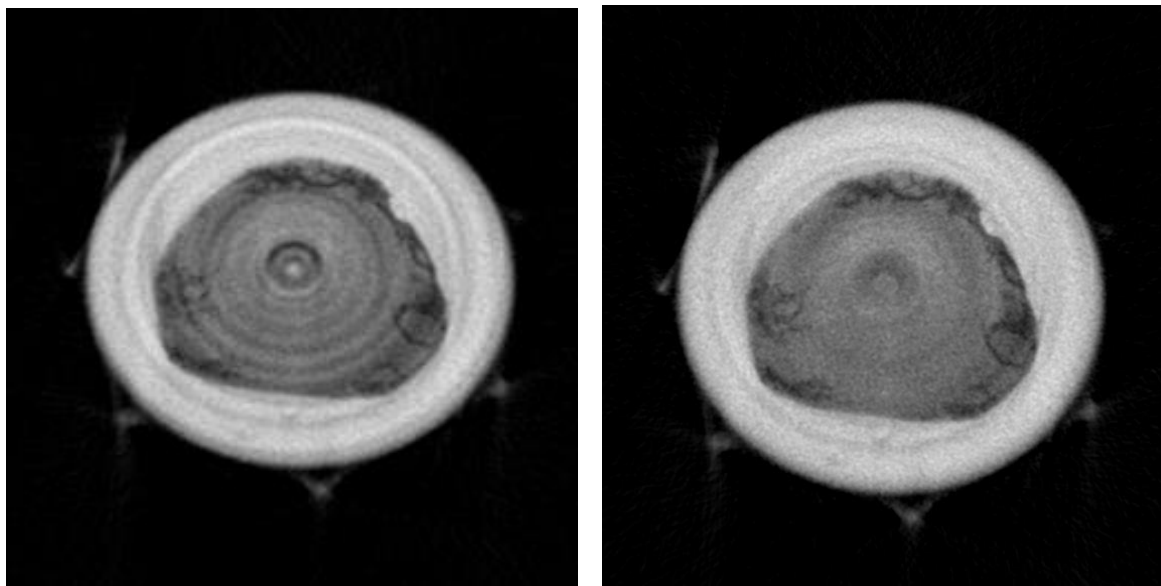
Obr. 27 Aplikace funkce Post-alignment na korekci řezu vzorkem PUR pěny. Vlevo před úpravou, vpravo po úpravě.

Smoothing je funkce, která slouží k vyhlazení obrazu. Pomocí této funkce můžeme odstranit šum. Rozsah vyhlazení je nutné zvolit tak, aby nedošlo k přílišnému rozmazání detailů, zkreslení obrazu. Příklad aplikace této korekční funkce na řez měřenou PUR pěnou je uveden na Obr. 28.



Obr. 28 Aplikace funkce Smoothing na korekci řezu vzorkem PUR pěny. Vlevo před úpravou, vpravo po úpravě.

Ring-artifacts reduction je funkce, pomocí které jsme schopni potlačit kruhové artefakty. Tyto artefakty mohou vznikat špatnou kalibrací nebo vadným detektorem, což má za následek vznik kroužků, které jsou zaměřené na střed otáčení vzorku při skenování. Příklad aplikace této korekční funkce na měřený vzorek karamelu plněný čokoládou a ořechem je uveden na Obr. 29.

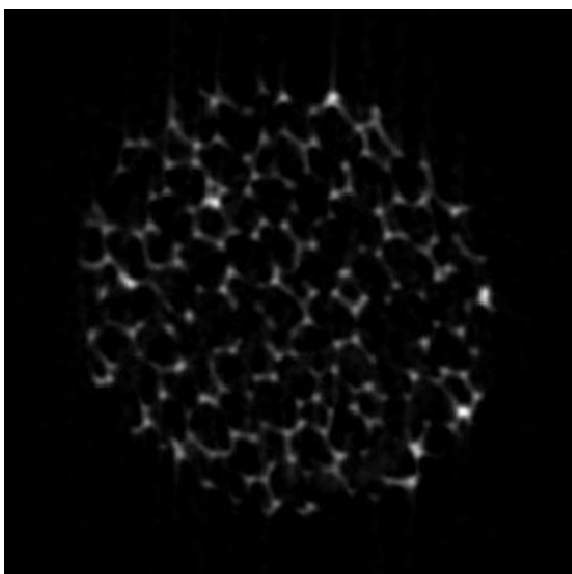


Obr. 29 Příklad korekce kruhového artefaktu na vzorku karamelu plněného čokoládou a ořechem. Vlevo před úpravou, vpravo po úpravě.

8 OBRAZOVÁ ANALÝZA, STANOVENÍ POROZITY

Po rekonstrukci obrazu v programu NRecon, bylo možné provádět 3D vizualizace a obrazové analýzy. Pro tyto účely byl používán převážně program CT Analyser od společnosti Bruker.

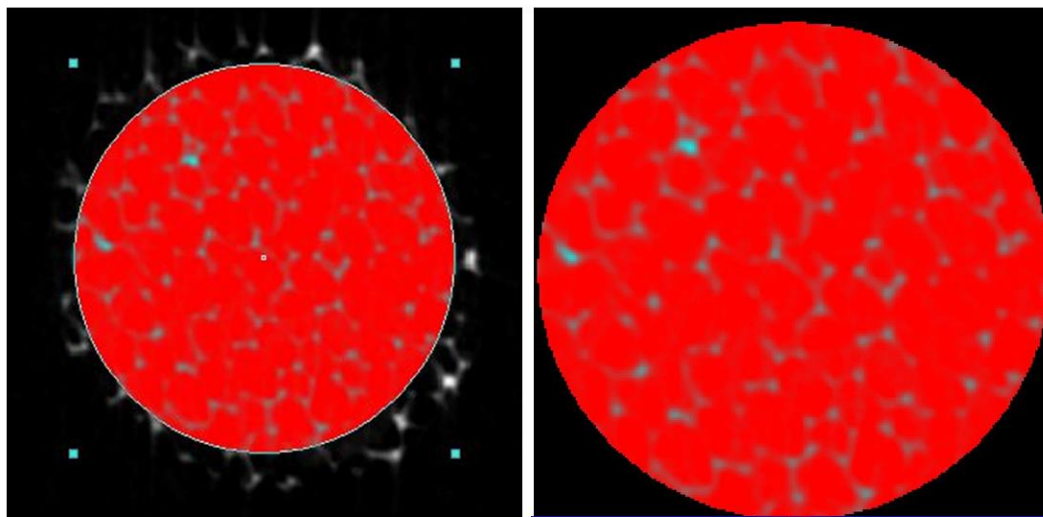
Po načtení datasetu do tohoto programu, se zobrazí jednotlivé příčné řezy prostorem daného vzorku, viz. příklad na Obr.30.



Obr. 30 Příklad příčného řezu vzorkem PUR pěny.

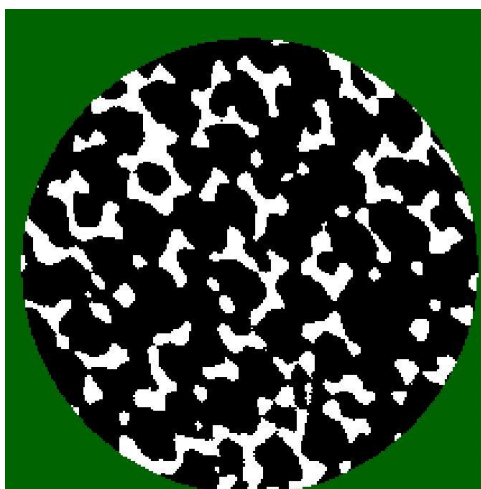
Před započítáním vlastní obrazové analýzy bylo nezbytné použít funkci ROI (region of interest) nebo-li vybrat oblast zájmu. Veškeré úpravy obrazového záznamu a obrazové analýzy budou dále aplikovány pouze na tuto vybranou oblast, viz Obr. 31. Oblast zájmu je nutné volit tak, abychom z dalších analýz nevynechali příliš velkou oblast zbývajícího vzorku. Na druhou stranu ji musíme zvolit tak, aby zasahovala pouze do oblastí vzorku, nikoli mimo něj. Za ROI můžeme zvolit jakýkoliv tvar, jak můžeme vidět na níže analyzovaných vzorcích.

Po vytvoření ROI (oblasti zájmu), je ji nutné uložit. Tím se vytvoří nový dataset, který je omezen pouze na oblast ROI.



Obr. 31 ROI – vyznačení oblasti zájmu (vlevo) a její vybrání (vpravo).

V dalším kroku je nezbytné převést obrazové řezy jednotlivými rovinami na binární. To jsou takové obrazy, kde se vyskytuje pouze černá a bílá barva. Pro vytvoření takovýchto obrazů slouží funkce Tresholding v sekci Custom processing. Jinými slovy, dojde k tzv. naprahování obrazu. Vlastní proces prahování, respektive výběr hranice prahování je jedním z nejkritičtějších parametrů celého procesu přípravy dat pro obrazovou analýzu. Při nesprávně zvolených hranicích se buď začnou objevovat „rušivé“ pixely nebo začne ubývat struktury materiálu. Rušivé pixely lze odstranit pomocí některých dodatečných funkcí jako je například Decpeckle.



Obr. 32 Příklad binárního obrazu příčného řezu vzorkem PUR pěny.

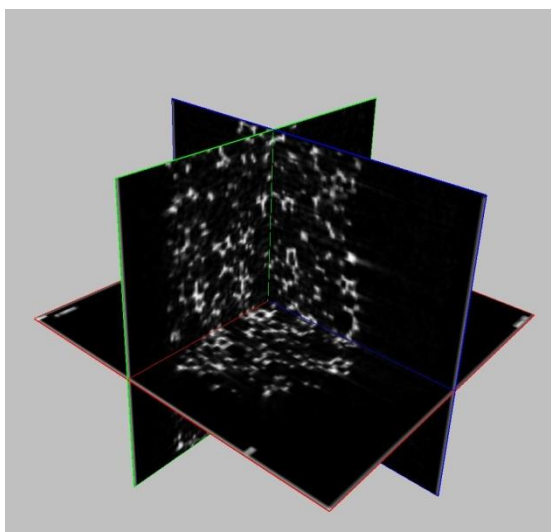
Po vytvoření binárního obrazu lze přistoupit k vlastní obrazové analýze (funkce 3D analysis). Tato funkce slouží k výpočtu velikosti a rozložení materiálu v ROI. Vzhledem k tomu, že jsme použili funkci ROI v předešlém kroku, tak je nutné brát v úvahu, že neanalyzujeme celý vzorek, ale pouze jeho vybranou část. V případě této práce byla funkce 3D analysis používána pro stanovení procentuálního zastoupení uzavřených a otevřených pórů, distribuce šířek stěn porézních struktur a objemů vzorků.

Nutno dodat, že pro prostorovou vizualizaci zobrazovaných vzorků lze použít celou řadu dalších uživatelsky „jednodušších“ programů dodávaných společnostmi Bruker. Slovem uživatelsky jednodušších se myslí fakt, že v případě těchto programů není třeba používat žádné logické operátory jako v případě programu CT Analyzer. Těmito dalšími programy jsou CT Vox a Data Viewer. Tyto dva programy byly používány pro prostorové vizualizace řezů vyobrazené na začátku každé části věnované danému typu zkoumaného vzorku.

Prvními diskutovanými a srovnávanými vzorky v rámci této práce budou dva typy PUR pěn, označené jako CHMR a S3535. Oba tyto vzorky se vyznačují otevřenou porézní strukturou, jak lze pozorovat z níže uvedených výsledků.

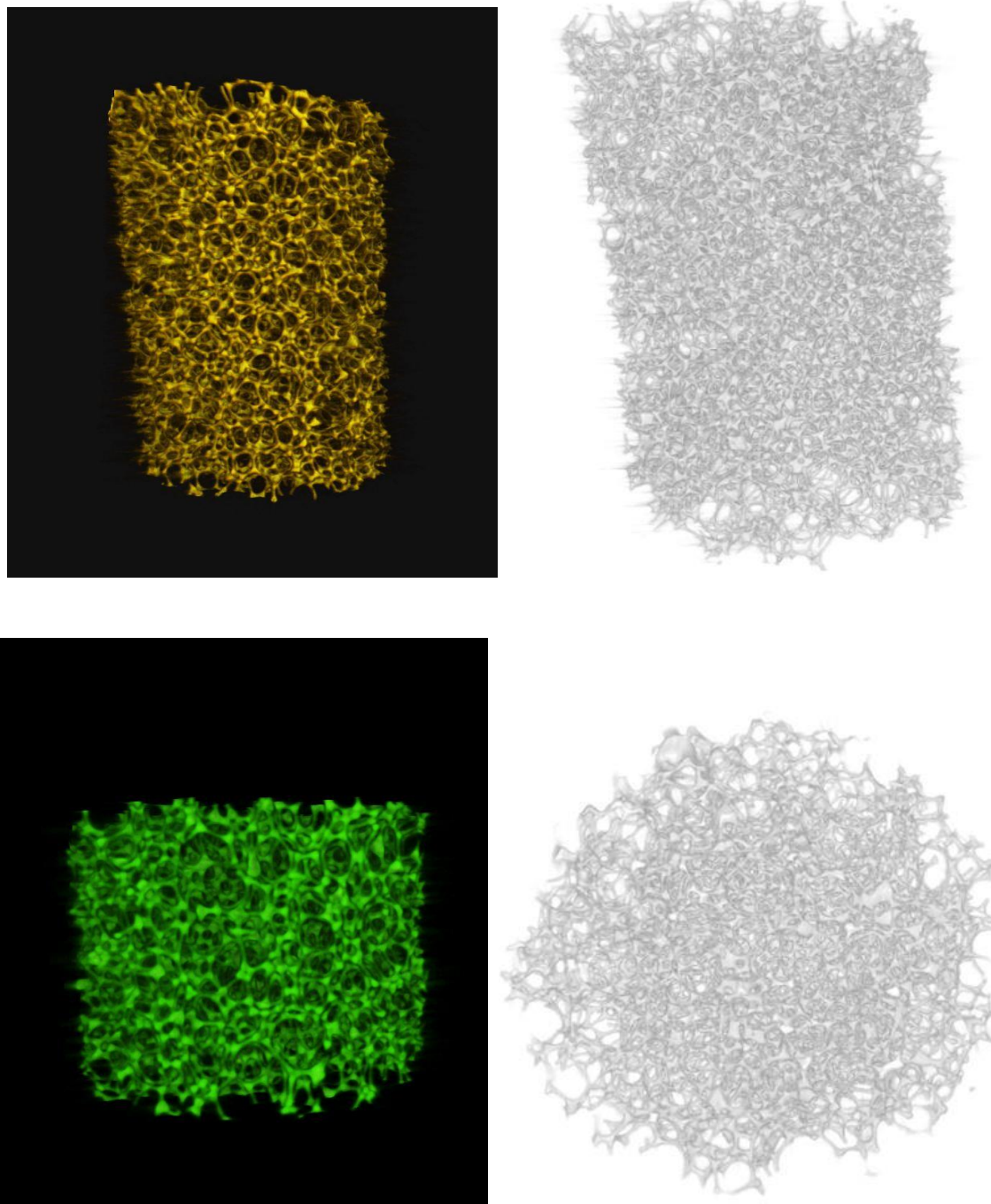
PUR pěna typ CHMR

Na Obr. 33 jsou vyobrazeny řezy vzorkem PUR pěny typ CHMR ve třech rovinách, které je možné v programu Data Viewer libovolně měnit.



Obr. 33 Pohled na prostorové řezy PUR pěny – typ CHMR, pořízené pomocí programu Data Viewer.

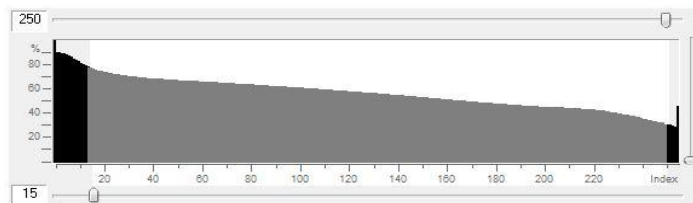
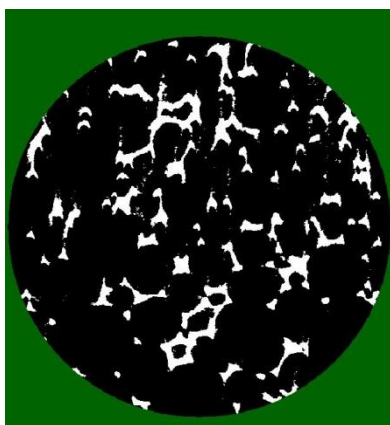
Na Obr. 34 jsou znázorněny různé 3D vizualizace vzorku PUR pěny, typ CHMR. Tyto různé pohledy, z hlediska barevného pozadí a vlastního vybarvení rekonstruované porézní struktury jsou uvedeny záměrně z důvodu vystižení možností daného zařízení a rekonstrukčních softwarů.



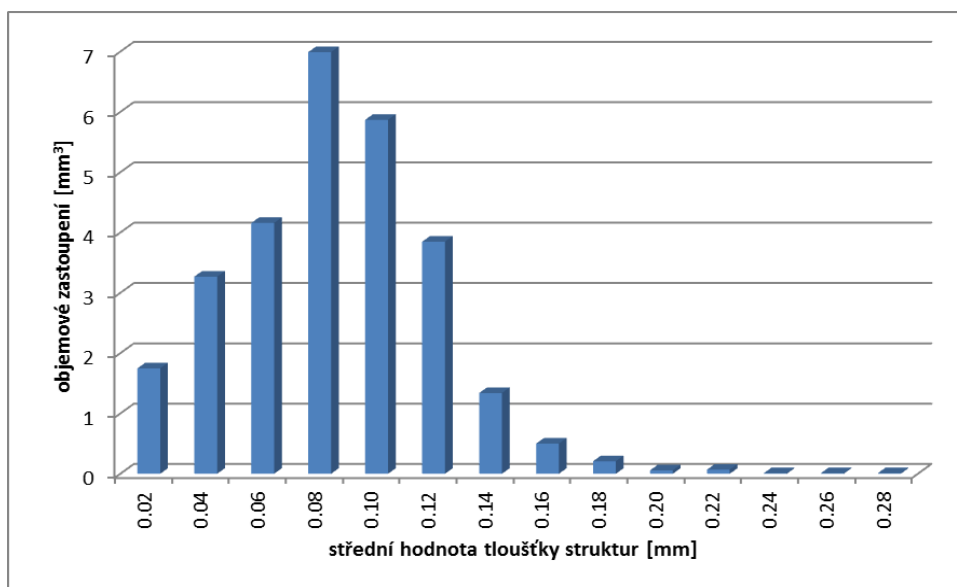
Obr. 34 3D vizualizace PUR pěny – typ CHMR, vytvořené pomocí programu CT Vox.

Kritickým parametrem, ovlivňujícím výsledek obrazové analýzy je dříve zmiňované prahování vzorku. Pro vystižení závažnosti nastavení této proměnné byl každý typ analyzova-

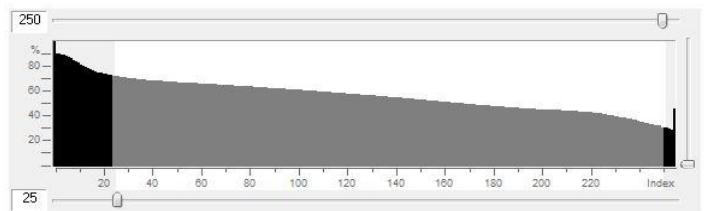
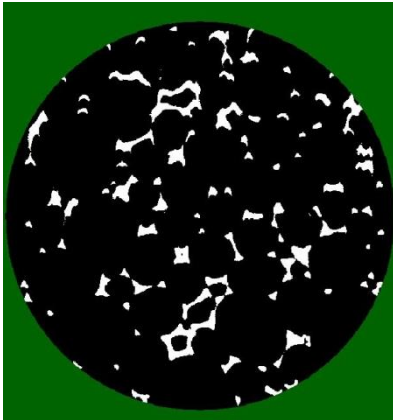
ného vzorku naprahován ve třech různých úrovních. Výsledky obrazových analýz, po těchto úpravách, jsou uvedeny na následujících třech obrázcích.



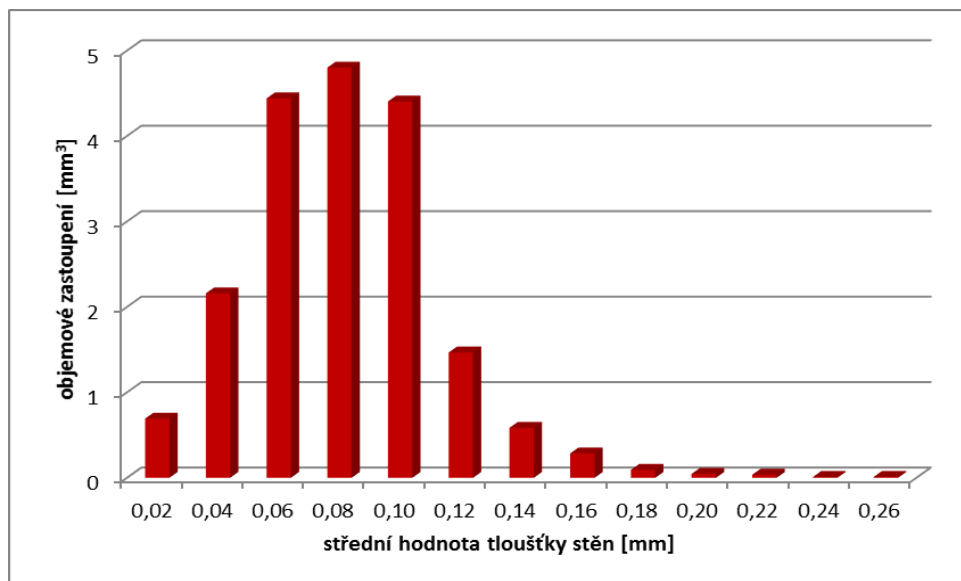
objem vzorku [mm ³]	230,53	
	otevřené póry	uzavřené póry
objem [mm ³]	202,59	0,01
povrch [mm ²]	x	1,57
procentuelní zastoupení [%]	87,88	0,03
celková porozita [mm³]	202,60	
celková porozita [%]	87,91	



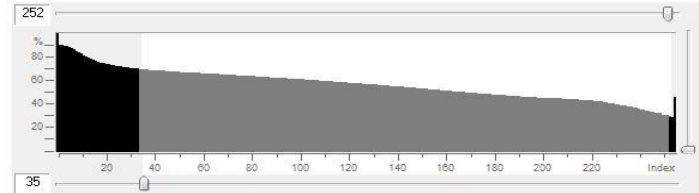
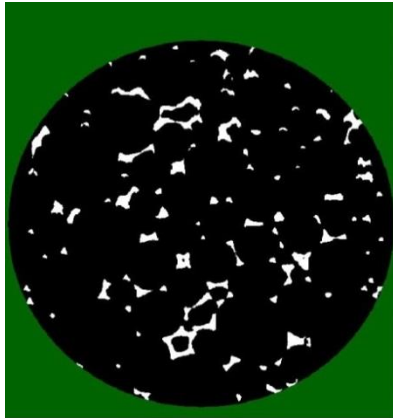
Obr. 35 Vliv prahování v rozmezí 15 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek PUR pěny typ CHMR. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.



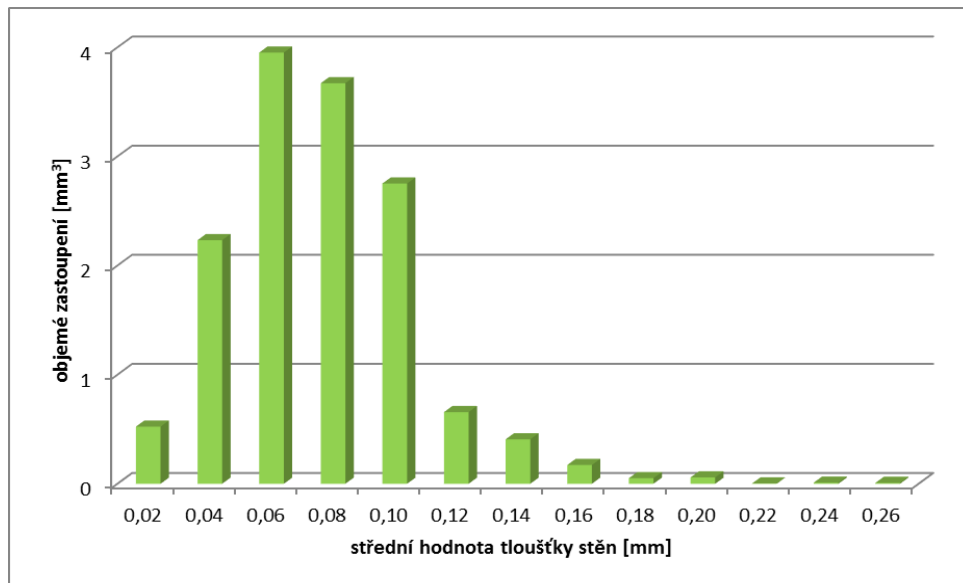
objem vzorku [mm ³]	230,53	
	otevřené póry	uzavřené póry
objem [mm ³]	211,59	0,01
povrch [mm ²]	x	0,55
procentuelní zastoupení [%]	91,78	0,02
celková porozita [mm³]	211,60	
celková porozita [%]	91,80	



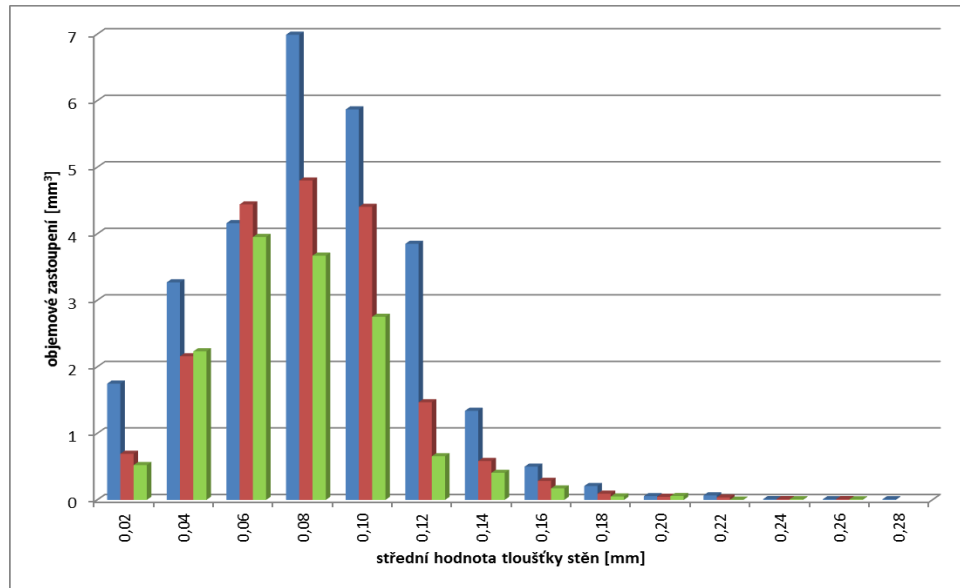
Obr. 36 Vliv prahování v rozmezí 25 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek PUR pěny typ CHMR. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.



objem vzorku [mm ³]	230,53	
	otevřené póry	uzavřené póry
objem [mm ³]	216,13	0,01
povrch [mm ²]	x	0,41
procentuelní zastoupení [%]	93,75	0,02
celková porozita [mm³]	216,14	
celková porozita [%]	93,77	



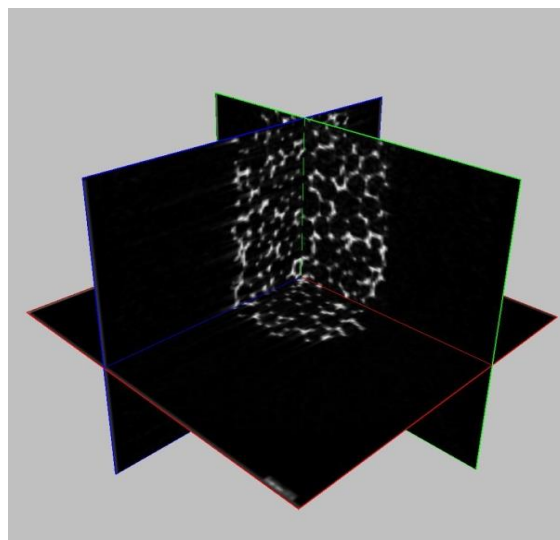
Obr. 37 Vliv prahování v rozmezí 35 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek PUR pěny typ CHMR. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.



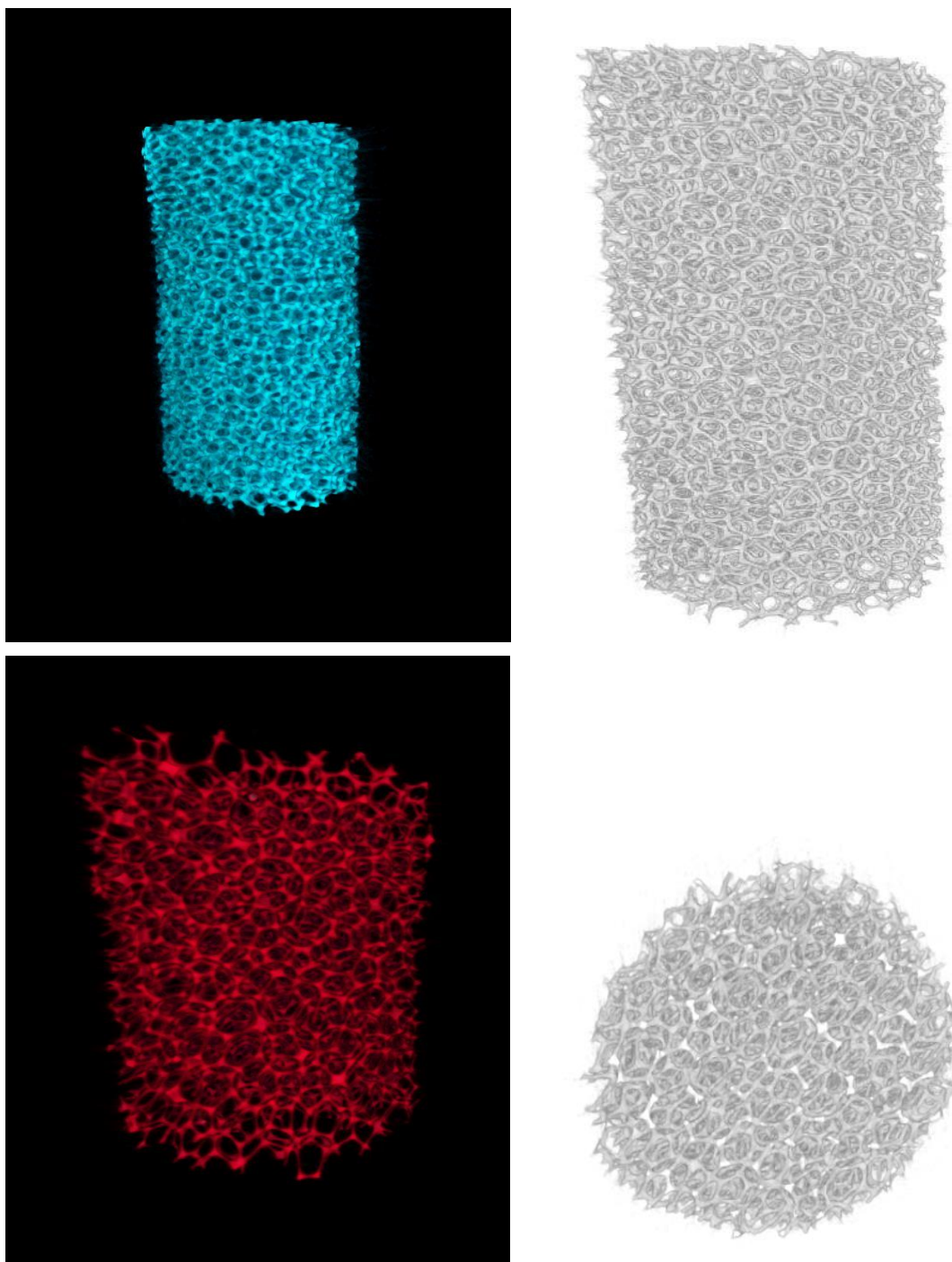
Obr. 38 Srovnání vlivu prahování na výsledek obrazové analýzy (objemové zastoupení stěn o dané střední hodnotě jejich tloušťek) pro vzorek PUR pěny typ CHMR prahovaný v rozmezí 15-250 (modrý), 25-250 (červený), 35-250 (zelený).

PUR pěna typ S3535

Na Obr.39 jsou vyobrazeny řezy vzorkem PUR pěny typ S3535 ve třech rovinách, které je možné v programu Data Viewer libovolně měnit.

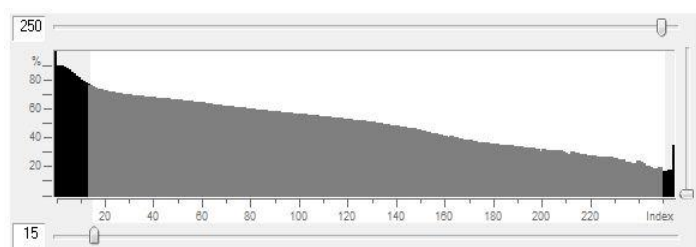
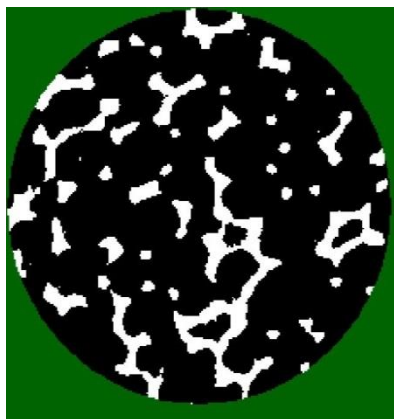


Obr. 39 Pohled na prostorové řezy PUR pěny – typ S3535, pořizené pomocí programu Data Viewer.

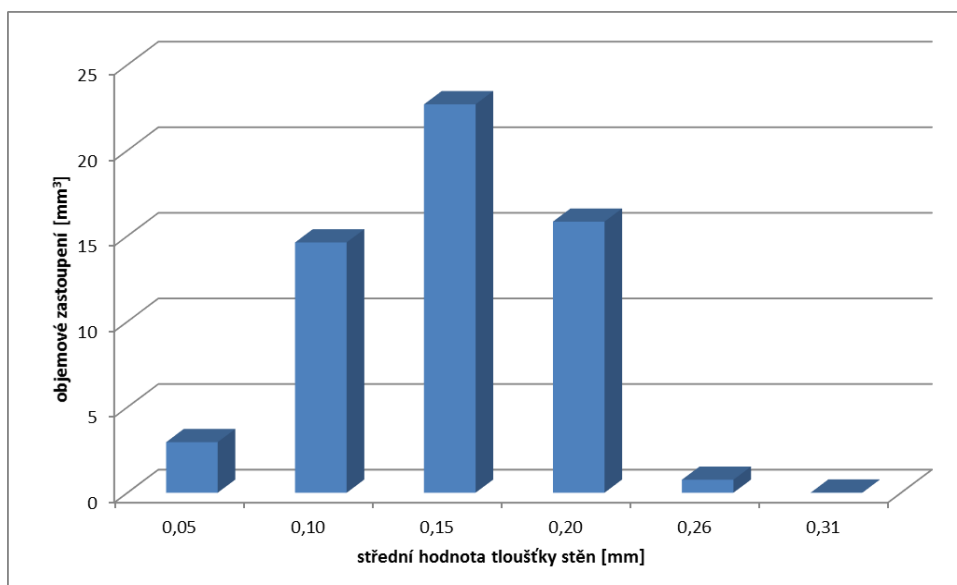


Obr. 40 3D vizualizace PUR pěny – typ S3535, vytvořené pomocí programu CT Vox.

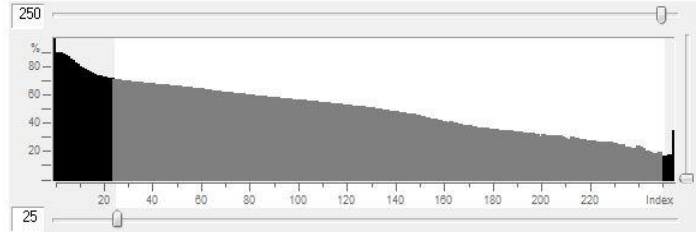
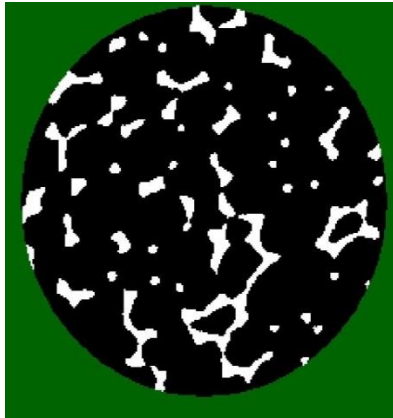
Na Obr. 40 jsou znázorněny různé 3D vizualizace vzorku PUR pěny, typ S3535. Tyto různé pohledy, z hlediska barevného pozadí a vlastního vybarvení rekonstruované porézní struktury jsou uvedeny záměrně z důvodu vystižení možností daného zařízení a rekonstrukčních softwarů.



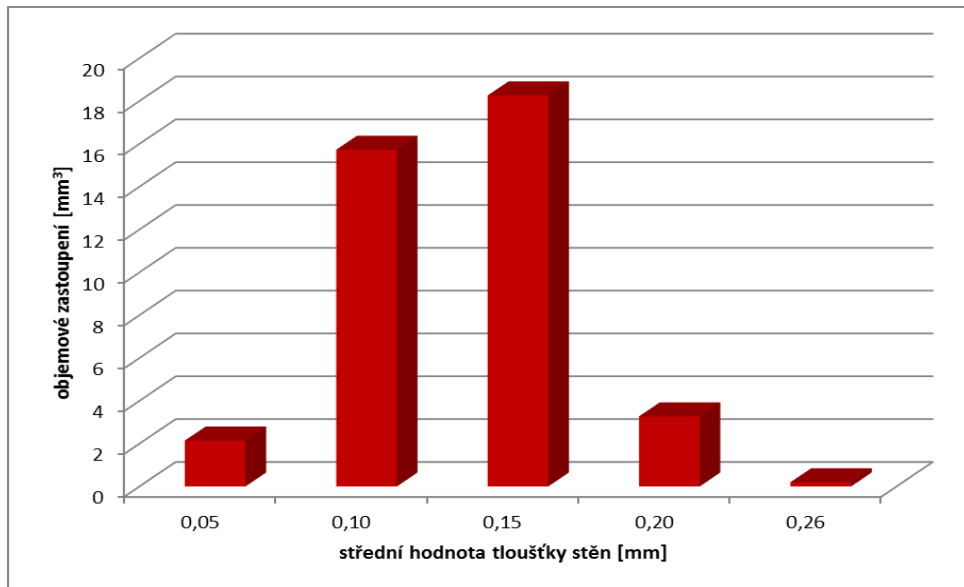
objem vzorku [mm ³]	320,45	
	otevřené póry	uzavřené póry
objem [mm ³]	264,14	0,01
povrch [mm ²]	x	0,30
procentuelní zastoupení [%]	82,43	0,01
celková porozita [mm³]	264,15	
celková porozita [%]	82,44	



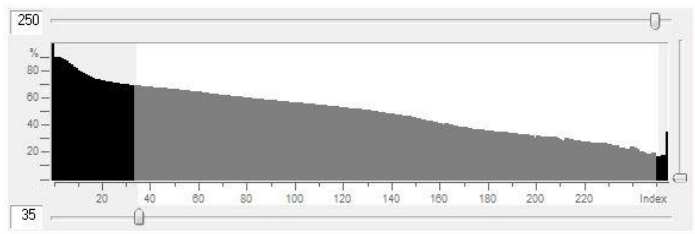
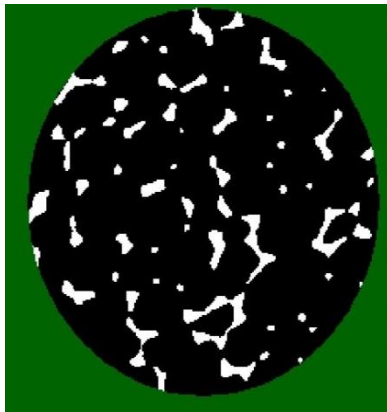
Obr. 41 Vliv **prahování** v rozmezí 15 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek **PUR pěny typ S3535**. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.



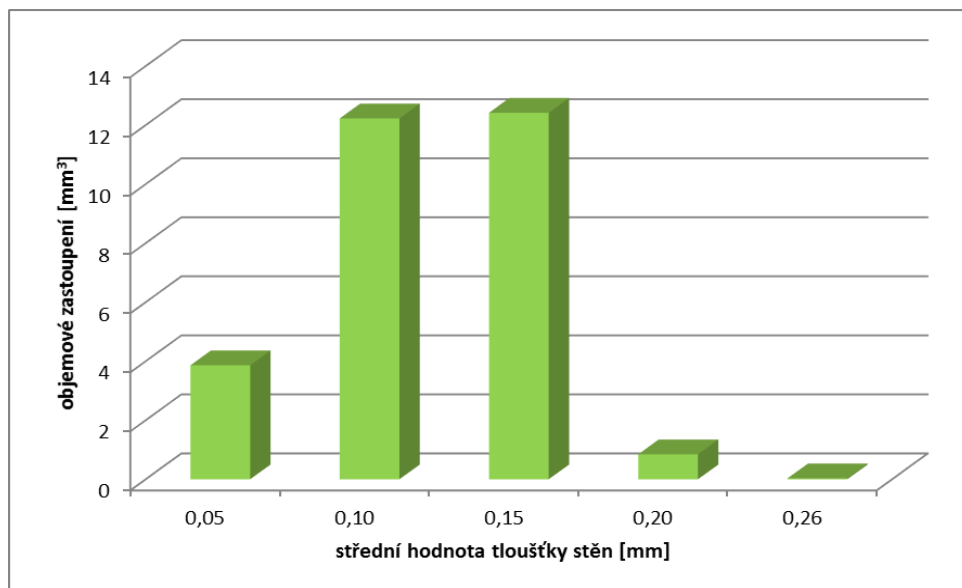
objem vzorku [mm ³]	320,45	
	otevřené póry	uzavřené póry
objem [mm ³]	281,44	0,01
povrch [mm ²]	x	0,29
procentuelní zastoupení [%]	87,83	0,01
celková porozita [mm³]	281,45	
celková porozita [%]	87,84	



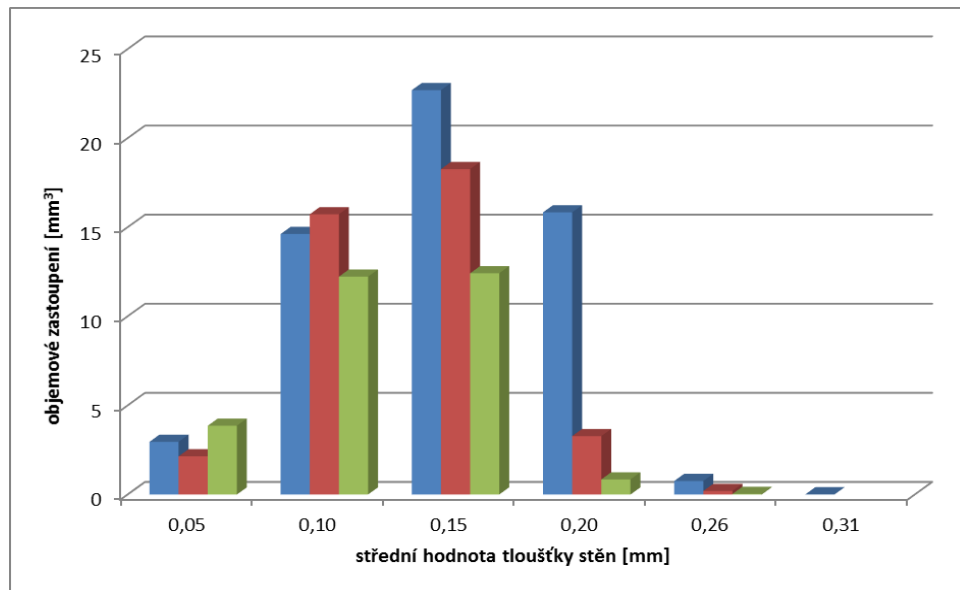
Obr. 42 Vliv **prahování** v rozmezí 25 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek **PUR pěny typ S3535**. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.



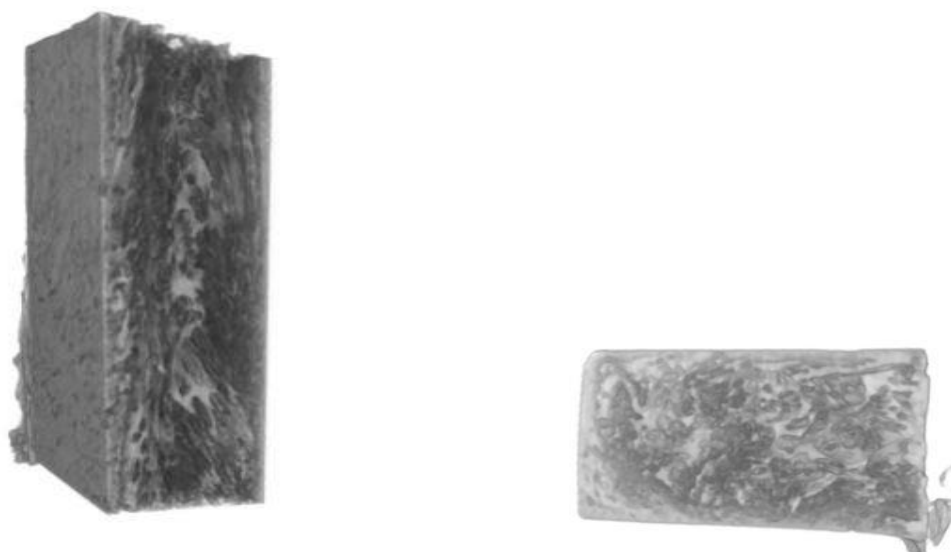
objem vzorku [mm ³]	320,45	
	otevřené póry	uzavřené póry
objem [mm ³]	291,73	0,01
povrch [mm ²]	x	0,29
procentuelní zastoupení [%]	91,04	0,01
celková porozita [mm³]	291,74	
celková porozita [%]	91,05	



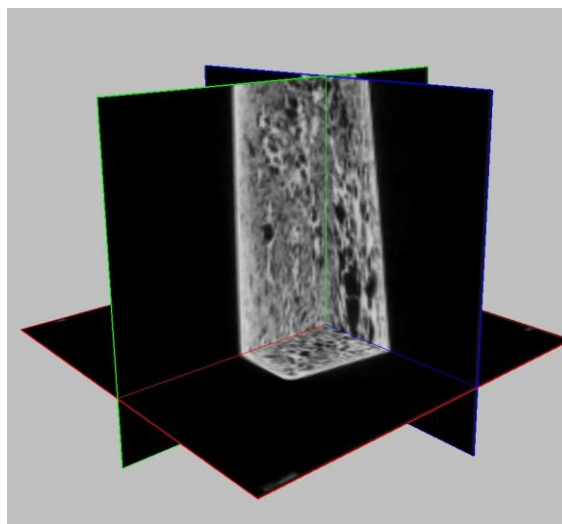
Obr. 43 Vliv *prahování* v rozmezí 35 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek **PUR pěny typ S3535**. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.



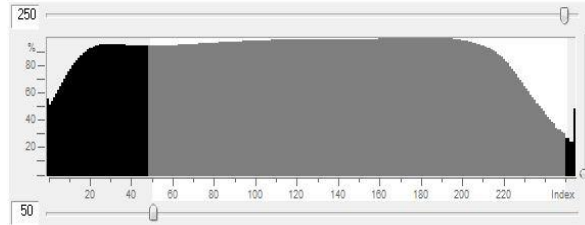
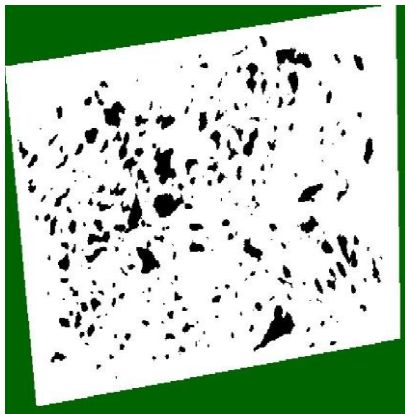
Obr. 44 Srovnání vlivu prahování na výsledek obrazové analýzy (objemové zastoupení stěn o dané střední hodnotě jejich průměru) pro vzorek PUR pěny typ S3535 prahovaný v rozmezí 15-250 (modrý), 25-250 (červený), 35-250 (zelený).

Vzorek nadouvaného polystyrenu

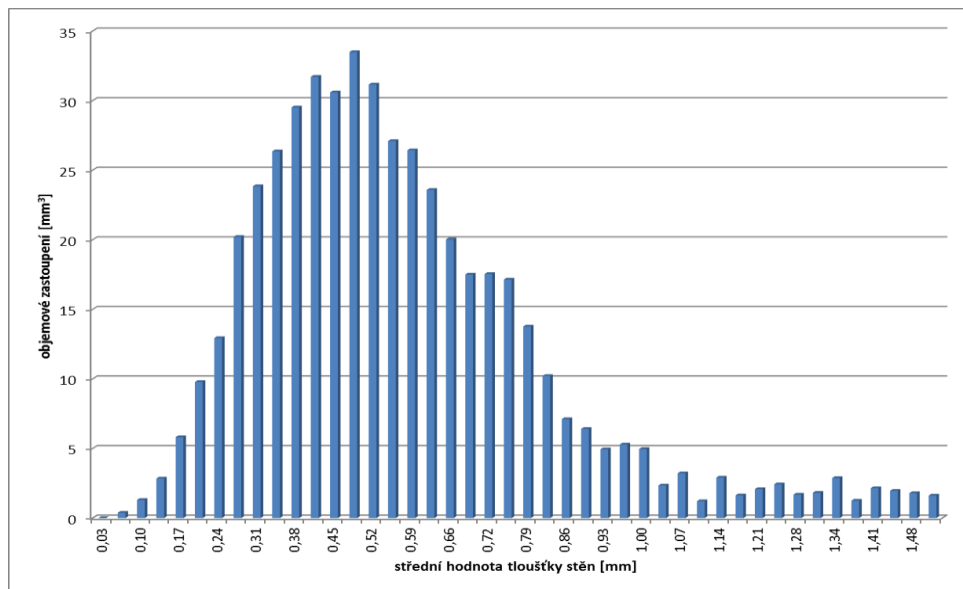
Obr. 45 3D vizualizace polymerního vzorku – nadouvaný polystyren, vytvořené pomocí programu CT Vox.



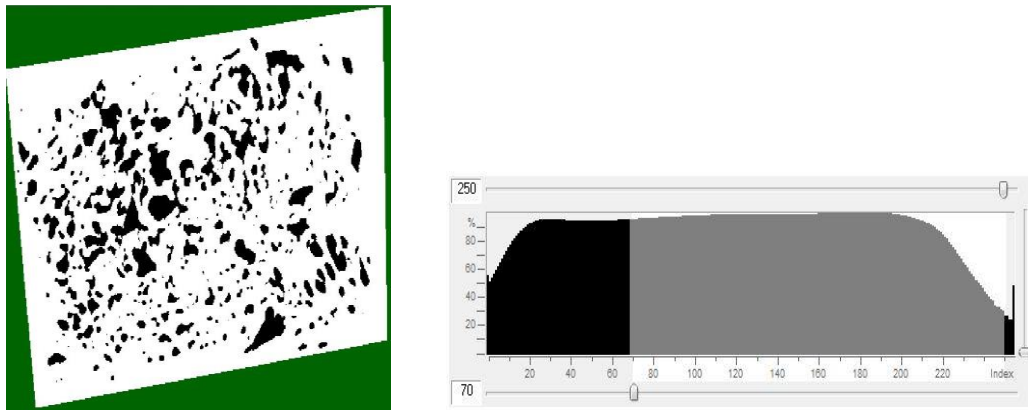
Obr. 46 Pohled na prostorové řezy polymerním vzorkem – nadouvaný polystyren, pořízené pomocí programu Data Viewer.



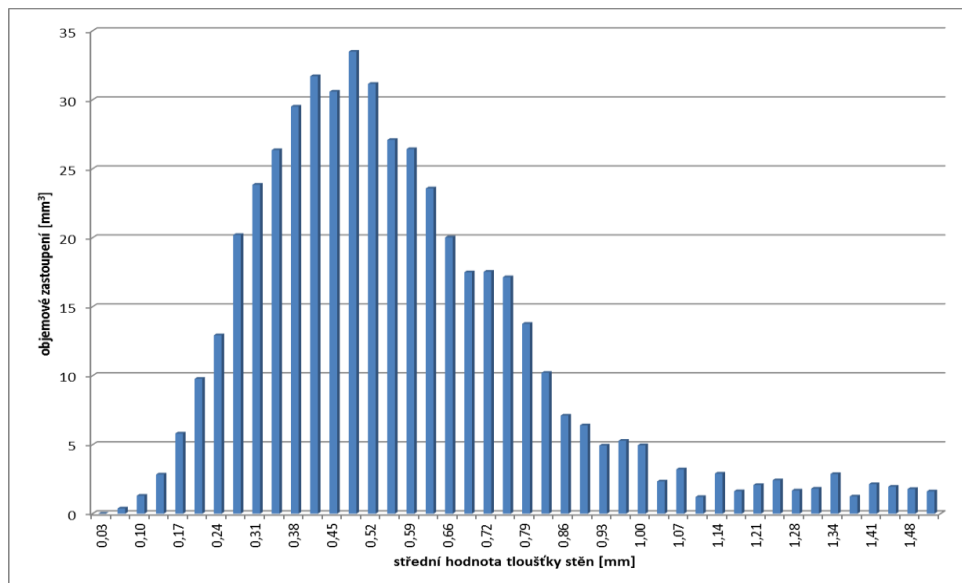
objem vzorku [mm ³]	553.25	
	otevřené póry	uzavřené póry
objem [mm ³]	28.89	30.85
povrch [mm ²]	x	1009.16
procentuelní zastoupení [%]	5.22	5.88
celková porozita [mm³]	59.74	
celková porozita [%]	11.10	



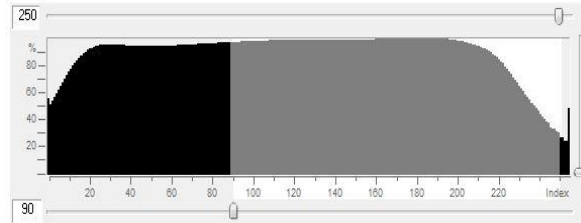
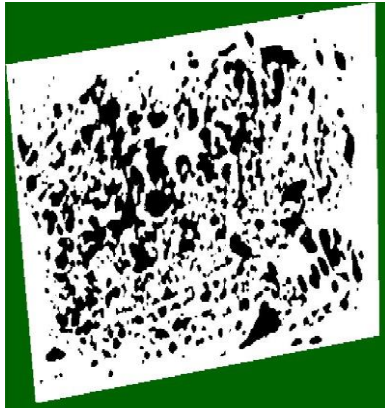
Obr. 47 Vliv **prahování v rozmezí 50 až 250** na výsledek obrazové analýzy pro vzorek **nadovaného polystyrenu**. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybírané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.



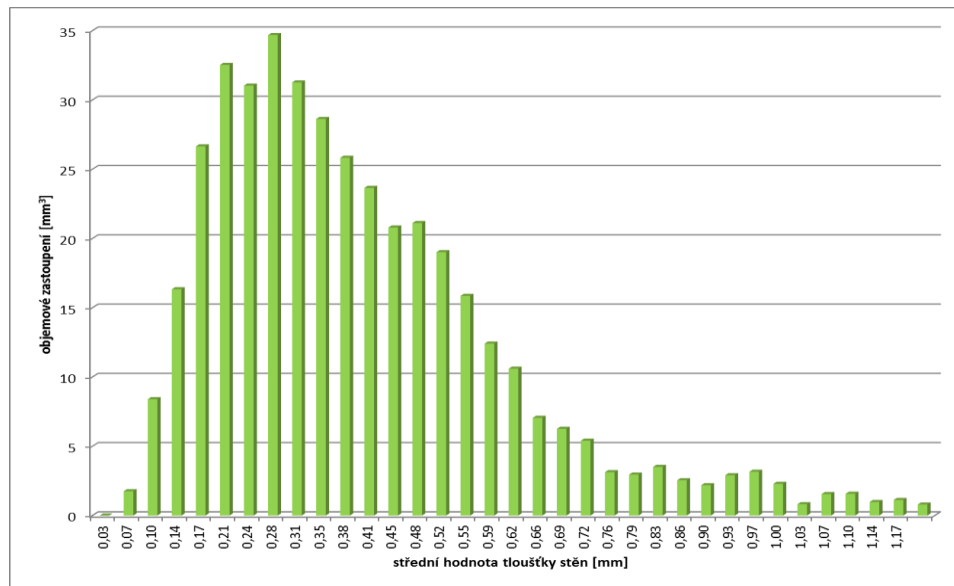
objem vzorku [mm ³]	553.25	
	otevřené póry	uzavřené póry
objem [mm ³]	81.76	15.15
povrch [mm ²]	x	578.25
procentuelní zastoupení [%]	14.78	3.21
celková porozita [mm³]	96.91	
celková porozita [%]	17.99	



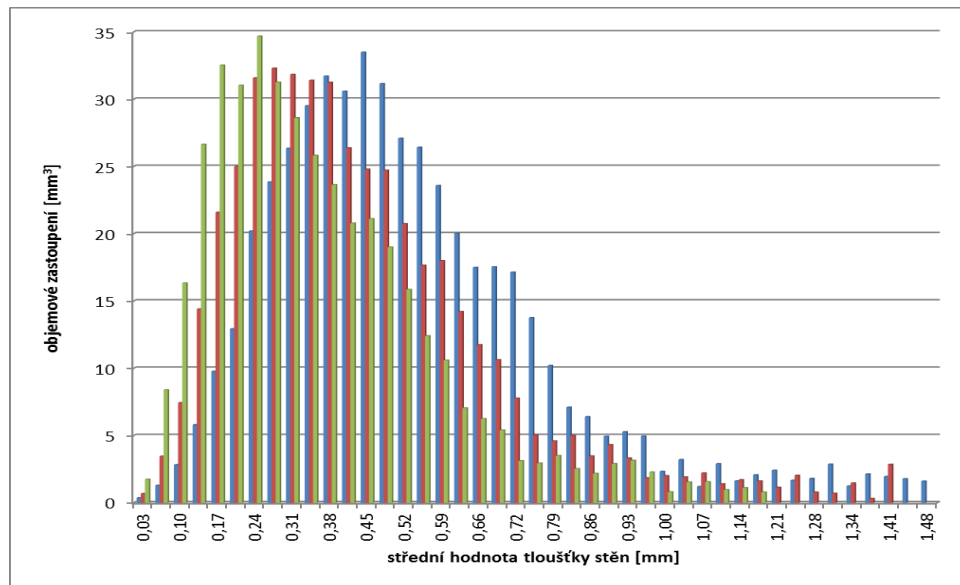
Obr. 48 Vliv **prahování v rozmezí 70 až 250** na výsledek obrazové analýzy pro vzorek **nadouvaného polystyrenu**. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.



objem vzorku [mm ³]	553.25	
	otevřené póry	uzavřené póry
objem [mm ³]	137.28	6.55
povrch [mm ²]	x	275.24
procentuelní zastoupení [%]	24.81	1.58
celková porozita [mm³]	143.83	
celková porozita [%]	25.39	



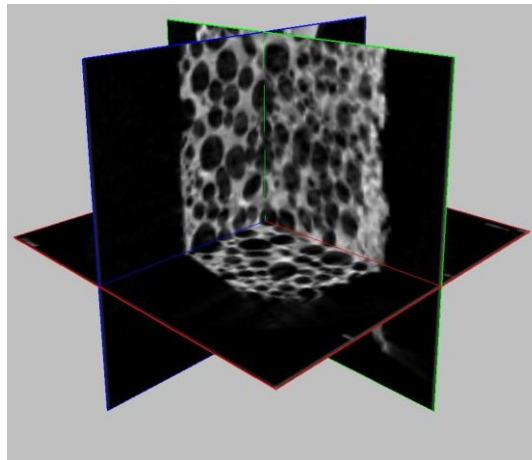
Obr. 49 Vliv **prahování v rozmezí 90 až 250** na výsledek obrazové analýzy pro vzorek **nanodovaného polystyrenu**. Nahoře vlevo **naprahovaný příčný řez**, nahoře vpravo **znázornění vybrané oblasti pro prahování**, uprostřed **tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy**, dole **objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky**.



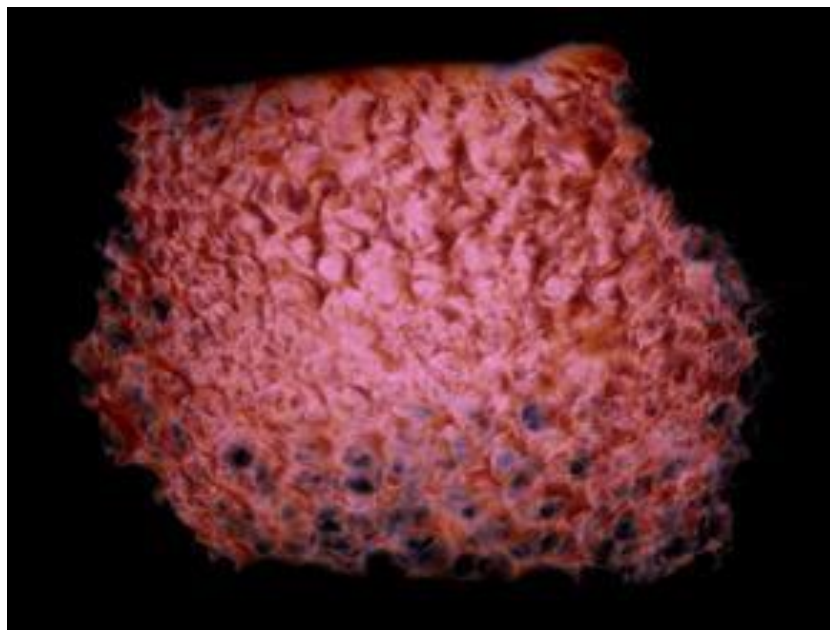
Obr. 50 Srovnání vlivu prahování na výsledek obrazové analýzy (objemové zastoupení stěn o dané střední hodnotě jejich průměru) pro vzorek nadouvaného polystyrenu prahovaný v rozmezí 50-250 (modrý), 70-250 (červený), 90-250 (zelený).

Vzorek čokolády

Posledním zkoumaným vzorkem byla nadouvaná čokoláda, obsahující kulovité, uzavřené póry, tento vzorek byl měřen s cílem demonstrovat možnosti použití této metodiky pro charakterizaci potravin. Vizualizace výsledné porézní struktury vnitřní části této čokolády jsou uvedeny na následujících dvou obrázcích. Výsledky obrazové analýzy dále neuvádíme, protože nejsou relevantní vzhledem ke skutečnosti, že byl měřen pouze jeden poslední kousek čokolády.



Obr. 51 Pohled na prostorové řezy vzorkem nadouvané čokolády, pořízené pomocí programu Data Viewer.



Obr. 52 3D vizualizace nadouvané čokolády, vytvořená pomocí programu CT Vox.

ZÁVĚR

V rámci této bakalářské práce byly charakterizovány různé typy porézní materiálů. Byla stanovována porozita vybraných vzorků, dvou typů PUR pěn a jednoho vzorku nadouvaného, vytlačovaného polystyrenu. Pro účely tohoto studia byla použita metodika rentgenové mikrotomografie.

V rámci teoretické části práce byl popsán princip a fyzikální podstata rentgenové tomografie, dále byly uvedeny aplikační příklady této techniky pro vědecké a průmyslové aplikace. Poslední část teoretické části práce byla věnována rozdělení a charakterizaci porózních materiálů.

V praktické části je popsán použitý mikrotomograf a na příkladu jednoho vzorku nastíněn princip této metodiky. Dále je zde podrobně rozebrána problematika přípravy a fixace vzorků pro měření. Nastavení jednotlivých parametrů měření s ohledem zejména na nejvhodnější výkon rentgenky a expoziční dobu vzhledem k typu použitého vzorku (PUR pěny). V další podkapitole praktické části práce je diskutována a demonstrována problematika prostorové rekonstrukce skenovaných vzorků a to zejména s ohledem na korekce nedokonalostí měřícího zařízení a fixace vzorků. Poslední a hlavní část praktické práce je věnována obrazové analýze studovaných vzorků s ohledem na stanovení jejich porozity. U vzorků dvou srovnávaných PUR pěnovek (CHMR a S3535) se porozita pohybovala v rozmezí od cca 82 do 93%. Prvním měření a analýzy výsledků ukázaly, že se vzorky navzájem liší o cca 7%, nicméně druhé opakování týž vzorků vyšlo přesně naopak. Z tohoto důvodu byla další část práce věnována zjištění skutečnosti, která za tímto problémem stojí. Jedním z hlavních faktorů, který může spolu s ostatními parametry (nastavení měření, korekce obrazu před rekonstrukcí, výběr oblasti po rekonstrukci) je prahování daného vzorku. Jak ukazují výsledky v experimentální části práce, tento faktor je skutečně nezanedbatelný. Tento závěr potvrzuje i vzorek nadouvaného, vytlačovaného polystyrenu.

Nutno rovněž dodat, že byly měřeny zejména málo absorbující vzorky s relativně tenkýma stěnami vzhledem maximálním rozlišovací schopnosti použitého tomografu. Z toho mohou rovněž plynout určité chyby a nepřesnosti měření.

Závěrem lze konstatovat ze získaných výsledků, že dostupný tomograf (základní model od společnosti Bruker) je na hranici svých možností vzhledem k potřebě kvantitativní charakterizace málo absorbujících tenkostěnných porózních struktur. Nicméně pro kvalitativní srovnání je velmi užitečným nástrojem.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] SASOV a VAN DYCK. Desktop X-ray microscopy and microtomography. *Journal of Microscopy*. 1998, vol. 191, issue 2, s. 151-158 [[2] BARUCHEL, J., J.Y. BUFFIÈRE, E. MAIRE, P. MERLE a G. PEIX. *X-ray tomography in material science*. Paris, Hermes Science, 2000.
- [3] STOCK, Stuart R. *MicroComputed Tomography: Methodology and Applications*. 6000 Broken Sound Parkway NW, Suite 300: CRC Press, 2009. ISBN 13:978-1-4200-5876-5.
- [4] FLANNERY, Brian P., DECKMAN, ROBERGE a D'AMICO. *Three-Dimensional X-ray Microtomography*. Science, 1987.
- [5] HALLIDAY, David, Jearl WALKER a Robert RESNICK. *Fyzika: vysokoškolská učebnice obecné fyziky*. Vyd. 1. V Brně: VUTIUM, 2000, vii, s. 890-1064. ISBN 80-214-1868-0.
- [6] ZDRAVKOV, Borislav, Josef JANKŮ a Veronika KUČEROVÁ. KATEGORIZACE PÓRŮ V PÓRÉZNÍCH MATRICÍCH. *Chemické listy*. 2008, č. 102.
- [7] KLINIKA NUKLEÁRNÍ MEDICÍNY LÉKAŘSKÉ FAKULTY UP. *Interakce rentgenového a gama záření s prostředím Interakce rentgenového a gama záření s prostředím*.
- [8] SCHNEIDER, Petr. ÚSTAV CHEMICKÝCH PROCESŮ AV ČR. *Textura porézních látek: Učební text pro doktorské studium*. Praha, 2007. Dostupné z: <http://uchp.icpf.cas.cz/transtex/textbooks/Skripta-textura%202007.pdf>.
- [9] HOBST, CSC., Doc. Ing. Leonard. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ, Fakulta stavební. *Zkušebnictví a technologie: Radiační defektoskopie*. Brno. Dostupné z: <http://pockmat.hopto.org/file/VUT%20FAST/2.ro%C4%8Dn%C3%ADk%20VUT%20FAST/skripta/zku%C5%A1ebnictv%C3%AD%20a%20technologie/opory/MO3-radia%C4%8Dn%C3%AD%20defektoskopie.pdf>.
- [10] MUTINA, Albina a Dmitry KOROTEEV. Using X-Ray Microtomography for the Three-Dimensional Mapping of Minerals. *Microscopy and analysis*, 2012, č. 26.
- [11] ZIKMUND, T., M. PETRILAK a J. KAISER. Rentgenová počítačová tomografie pro analýzu odlitků, defektoskopii a kontrolu rozměrů [online]. 2013 [cit. 2014-03-25]. Dostupné z: http://www.zkousenijakost.cz/data/programove_schema/zikmund.pdf.
- [12] TRTIK, P, J DUAL, D KEUNECKE, D MANNES, P NIEMZ, P STAHLI, A KAESTNER, A GROSO a M STAMPANONI. 3D imaging of microstructure of spruce wood. *Journal of Structural Biology*. 2007, vol. 159, issue 1, s. 46-55.

- [13] TAFFOREAU, P., R. BOISTEL, E. BOLLER, A. BRAVIN, M. BRUNET, Y. CHAIMANEE, P. CLOETENS, M. FEIST, J. HOSZOWSKA, J.-J. JAEGER, R.F. KAY, V. LAZZARI, L. MARIVAUX, A. NEL, C. NEMOZ, X. THIBAUT, P. VIGNAUD a S. ZABLER. Applications of X-ray synchrotron microtomography for non-destructive 3D studies of paleontological specimens. *Applied Physics A* . 2006, vol. 83, issue 2, s. 195-202.
- [14] MORENO-ATANASIO, Roberto, Richard A. WILLIAMS a Xiaodong JIA. Combining X-ray microtomography with computer simulation for analysis of granular and porous materials. *Particuology* . 2010, vol. 8, issue 2, s. 81-99.
- [15] MAIRE, E. X-ray tomography applied to the characterization of cellular materials. Related finite element modeling problems. *Composites Science and Technology* 2003, vol. 63, issue 16, s. 2431-2443.
- [16] MATSUSHIMA, U., W. GRAF, .S. ZABLER, I. MANKE, M. DAWSON, G. CHOINKA, A. HILGER a W. B. HERPPICH. 3D-analysis of plant microstructures: advantages and limitations of synchrotron X-ray microtomography. *International Agrophysics*. 2013, issue. 2013, vol. 27, s. 23-30.
- [17] PADILLA, E., N. CHAWLA, L.F. SILVA, V.R. DOS SANTOS a S. PACIORNIK. Image analysis of cracks in the weld metal of a wet welded steel joint by three dimensional (3D) X-ray microtomography. *Materials characterization* . 2013, vol. 83.
- [18] LIMA, I., M.J. ANJOS, M.L.F. FARIAS, N. PARCEGONI, D. ROSENTHAL, M.E.L. DUARTE a R.T. LOPES. Bone diagnosis by X-ray techniques. *European Journal of Radiology*. 2008, vol. 68, issue 3, S100-S103.
- [19] MIZUTANI, Ryuta a Yoshio SUZUKI. X-ray microtomography in biology. *Micron* . 2012, vol. 43, 2-3, s. 104-115.
- [20] CHUDOBA, Vratislav. *Dentální zobrazování pomocí pixelových detektorů*. Praha, 2006. Rešeršní práce. České Vysoké Učení Technické v Praze. Vedoucí práce Ing. Carlos Granja, PhD.
- [21] NIMMO, J.R. Porosity and Pore Size Distribution. *Encyclopedia of Soils in the Environment* . 2004, č. 3 [cit. 2014-05-06]. Dostupné z: http://wwwrcamnl.wr.usgs.gov/uzf/abs_pubs/papers/nimmo.04.encyc.por.esepdf.
- [22] Záření absolutně černého tělesa. *Encyklopedie fyziky* [online]. [cit. 2014-04-07]. Dostupné z:<http://fyzika.jreichl.com/main.article/print/719-zareni-absolutne-cerneho-telesa>.

- [23] Attenuation: Photoelectric Effect. *Dr. G's Toothpix* [online]. 2012 [cit. 2014-02-14].
Dostupné z:<http://drgstoothpix.com/2012/10/31/attenuation-photoelectric-effect/>.
- [24] Zdroje ionizujícího záření. *Klinická radiobiologie* [online]. © 2002-2014 [cit. 2013-12-20]. Dostupné z:http://eamos.pf.jcu.cz/amos/kra/externi/kra_7169/ch01.htm.
- [25] MARTYKÁNOVÁ, Eva. *Rtg záření, jeho vlastnosti a využití*. Brno, 2007. Diplomová práce. Masarykova univerzita v Brně, Pedagogická fakulta. Vedoucí práce Prof.RNDr. Vladislav Navrátil, CSc.
- [26] KALENDER, Willi A. *Computed tomography: fundamentals, system technology, image quality, applications*. 3rd rev. ed. Erlangen: Publicis, 2011, 372 s.
- [27] KETCHAM, Richard A. a William D. CARLSON. Acquisition, optimization and interpretation of X-ray computed tomographic imagery: applications to the geosciences. *Computers & Geosciences*. 2001, č. 27.
- [28] Fotonásobič. *Encyklopedie fyziky* © 2006 - 2014 [cit. 2013-11-23]. Dostupné z:<http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/747-fotonasobic>.
- [29] Zdroj záření. *Nedestruktivní defektoskopie v průmyslu* [online]. © 2008 [cit. 2014-01-12]. Dostupné z:http://www.ndt.cz/prilohy/56/zdroj_zareni.pdf.
- [30] Compact X-Ray micro CT, SkyScan 1174, Instruction manual, 2009.
- [31] HSIEH, Jiang. *Computed tomography: principles, design, artifacts, and recent advances*. Bellingham, WA: SPIE Optical Engineering Press, c2003, xii, 387 p. ISBN 08-194-4425-1.
- [32] IZUMI, S., S. KAMATA, K. SATOH a H. MIYAI. High energy X-ray computed tomography for industrial applications. *IEEE Transactions on Nuclear Science* [online]. vol. 40, issue 2, s. 158-161.
- [33] MAZÁNKOVÁ, Jitka. *Kontrastní látky a jejich nežádoucí účinky*. Brno, 2011. Dostupné z:http://is.muni.cz/th/326352/lf_b/Kontrastni_latky_a_jejich_nezadouci_ucinky.pdf. Bakalářská práce. Masarykova univerzita v Brně. Vedoucí práce MUDr. Aleš Bílek.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

E - energie záření [J]

h - Planckova konstanta [$\text{kg} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]

v - frekvence [s^{-1}]

c - rychlost světla ve vakuu [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$]

λ - vlnová délka záření [m]

p - hybnost fotonu [$\text{kg} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$]

T - absorpce záření

Z - protonové číslo prvku

I - intenzita záření po průchodu materiálem [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$]

I₀ - intenzita záření vycházející ze zdroje [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$]

e - základ přirozených logaritmů [1]

d - tloušťka absorpčního prostředí [m]

μ - lineární absorpční koeficient [m^{-1}]

φ - úhel rozptylu [$^\circ$]

E_{K0} - počáteční kinetická energie elektronu [J]

λ_{min} - prahová vlnová délka [m]

λ - původní vlnová délka [m]

λ' - rozptýlená vlnová délka [m]

Ψ - pórovitost [-], [%]

V₀ - celkový objem pórů [m^3]

V - celkový objem materiálu [m^3]

SEZNAM OBRÁZKŮ

- [1] Princip rentgenové mikrotomografie.
- [2] Princip rentgenovy mikrotomografie – záznam projekcí v jednotlivých rovinách.
- [3] Princip rentgenovy mikrotomografie – vliv úhlu otočení na kvalitu záznamu: a) otočení o 90°; b) otočení o 45°; c) otočení o 23°; d) otočení o 1°.
- [4] Znárodnění spektra elektromagnetického záření.
- [5] Schéma vzniku RTG záření.
- [6] Spektrum rentgenového záření.
- [7] Schéma Comptonova rozptylu.
- [8] Znárodnění fotoelektrického jevu.
- [9] Konstrukce RTG Tomografu od společnosti Bruker, model 1174. 1- zdroj rentgenového záření (rentgenka); 2- prostor pro vzorek; 3- detektor; 4- kamera.
- [10] Schéma rentgenky.
- [11] Princip funkce fotonásobiče.
- [12] Rekonstrukce lebeční kosti.
- [13] Boční pohled na prosvícenou elektronickou součástku.
- [14] Řez elektronickou součástkou vyobrazenou na předešlém obrázku.
- [15] Příklad 3D vizualizace struktury dřeva.
- [16] 3D model vzorku PU pěny s převážně uzavřenými póry.
svařovaného spoje po obrazové analýze se zeleně vyobrazenými trhlinami.
- [17] 3D vizualizace vnitřní struktury kosti.
- [18] Znárodnění druhů a tvarů pórů.
- [19] Použitý rentgenový mikrotomograf od společnosti Bruker, typ 1174.
- [20] Použité PUR pěny se znárodněním způsobu přípravy vzorků pro měření. Vzorek S3535 (vlevo), vzorek CHMR (vpravo).

- [21] Vyobrazení dalších vzorků pro charakterizaci jejich porózní struktury. Vlevo nadouvaný polymerní vzorek (nadouvaný polystyren). Vpravo nadouvaná čokoláda (Milka Buby).
- [22] Typy trnů a terčík (vlevo) pro uchycení vzorku v prostoru pro vzorek (vpravo).
- [23] Znázornění principu rentgenové mikrotomografie pomocí změny absorpce záření kousky tabáku. Pod obrázky jsou uvedeny úhly otoční vzorku.
- [24] Příklad hliníkového filtru, pro odstranění měkké části spektra RTG záření.
- [25] Vliv nastavení rotačního kroku na kvalitu prostorové rekonstrukce zkoumaného vzorku. Pro obrázek vlevo byl nastaven rotační krok 4° pro obrázek vpravo rotační krok $0,8^\circ$.
- [26] Znázornění vlivu výkonu rentgenky a expoziční doby na změnu kontrastu obrazu měřeného vzorku PUR pěny.
- [27] Aplikace funkce Post-alignment na korekci řezu vzorkem PUR pěny. Vlevo před úpravou, vpravo po úpravě.
- [28] Aplikace funkce Smoothing na korekci řezu vzorkem PUR pěny. Vlevo před úpravou, vpravo po úpravě.
- [29] Příklad korekce kruhového artefaktu na vzorku karamelu plněného čokoládou a ořechem. Vlevo před úpravou, vpravo po úpravě.
- [30] Příklad příčného řezu vzorkem PUR pěny.
- [31] ROI – vyznačení oblasti zájmu (vlevo) a její vybrání (vpravo).
- [32] Příklad binárního obrazu příčného řezu vzorkem PUR pěny.
- [33] Pohled na prostorové řezy PUR pěny – typ CHMR, pořízené pomocí programu Data Viewer.
- [34] 3D vizualizace PUR pěny – typ CHMR, vytvořené pomocí programu CT Vox.
- [35] Vliv prahování v rozmezí 15 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek PUR pěny typ CHMR. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybírané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.
- [36] Vliv prahování v rozmezí 25 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek PUR pěny typ CHMR. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybíra-

né oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.

[37] Vliv prahování v rozmezí 35 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek PUR pěny typ CHMR. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.

[38] Srovnání vlivu prahování na výsledek obrazové analýzy (objemové zastoupení stěn o dané střední hodnotě jejich tlouštěk) pro vzorek PUR pěny typ CHMR prahovaný v rozmezí 15-250 (modrý), 25-250 (červený), 35-250 (zelený).

[39] Pohled na prostorové řezy PUR pěny – typ S3535, pořízené pomocí programu Data Viewer.

[40] 3D vizualizace PUR pěny – typ S3535, vytvořené pomocí programu CT Vox.

[41] Vliv prahování v rozmezí 15 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek PUR pěny typ S3535. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.

[42] Vliv prahování v rozmezí 25 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek PUR pěny typ S3535. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.

[43] Vliv prahování v rozmezí 35 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek PUR pěny typ S3535. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.

[44] Srovnání vlivu prahování na výsledek obrazové analýzy (objemové zastoupení stěn o dané střední hodnotě jejich průměru) pro vzorek PUR pěny typ S3535 prahovaný v rozmezí 15-250 (modrý), 25-250 (červený), 35-250 (zelený).

[45] 3D vizualizace polymerního vzorku – nadouvaný polystyren, vytvořené pomocí programu CT Vox.

[46] Pohled na prostorové řezy polymerním vzorkem – nadouvaný polystyren, pořízené pomocí programu Data Viewer.

[47] Vliv prahování v rozmezí 50 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek nadouvaného polystyrenu. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.

[48] Vliv prahování v rozmezí 70 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek nadouvaného polystyrenu. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.

[49] Vliv prahování v rozmezí 90 až 250 na výsledek obrazové analýzy pro vzorek nadouvaného polystyrenu. Nahoře vlevo naprahovaný příčný řez, nahoře vpravo znázornění vybrané oblasti pro prahování, uprostřed tabulka shrnující výsledky 3D obrazové analýzy, dole objemové zastoupení struktur o střední hodnotě dané tloušťky.

[50] Srovnání vlivu prahování na výsledek obrazové analýzy (objemové zastoupení stěn o dané střední hodnotě jejich průměru) pro vzorek nadouvaného polystyrenu prahovaný v rozmezí 50-250 (modrý), 70-250 (červený), 90-250 (zelený).

[51] Pohled na prostorové řezy vzorkem nadouvané čokolády, pořízené pomocí programu Data Viewer.

[52] 3D vizualizace nadouvané čokolády, vytvořená pomocí programu CT Vox.