**Postup pro měření rozlišení detailů ve struktuře kovového vzorku**

Pro účely porovnání schopnosti přístrojů zobrazovat detaily odlišného složení uvnitř kovových vzorků zadavatel zvolil vzorek titanové pěny. Pěna je v převažujícím objemu tvořena kompaktním titanem, ve kterém se vyskytují póry po nadouvadle. Hustota absorbujícího materiálu (plynu) uvnitř pórů je zanedbatelná vzhledem k titanu. Velikost pórů sahá od submikronových až po mnohamikronové, které vznikají shlukováním menších pórů během rychlotavby původní směsi titanového prášku a nadouvadla. Počet i objem větších pórů tak klesá úměrně počtu pórů, které se musí shluknout, aby větší pór vytvořily. Přístroj, který je schopen detekovat velmi malé póry tak musí vidět podstatnou část objemu v malých pórech, které musejí vykazovat významný deficit absorpce vzhledem k okolnímu materiálu.

Přístroj bude používán v několika základních režimech, přičemž pro porovnání jsou zvoleny dva základní a jeden doplňkový.

1. Režim maximálního rozlišení v definované minimální oblasti vzorku
Vzorek se umístí do takové vzdálenosti od zdroje a detektor do takové vzdálenosti od vzorku, aby zorné pole scanu zabralo alespoň objem vzorku velikosti 0,25×0,25×0,25 mm3. Toho je možné dosáhnout i několika postupnými snímáními menších zorných polí s následným korelačním skládáním obrazu, které musí být součástí základního rekonstrukčního softwaru.
2. Režim maximálního rozlišení v poloze vzorku pro měření s teplotní a namáhací komorou
Vzorek se umístí do takové vzdálenosti od zdroje a detektor do takové vzdálenosti od vzorku v jaké by vzorek mohl být namontován uvnitř teplotní a namáhací komory, aby zorné pole scanu zabralo alespoň objem vzorku velikosti 0,25×0,25×0,25 mm3.
3. Režim maximálního rozlišení pro další in situ experimenty s omezeným úhlovým oknem (LRA)
Vzorek se umístí do takové vzdálenosti od zdroje a detektor do takové vzdálenosti od vzorku, aby se mezi zdrojem a detektorem mohlo pohybovat jedno válcové souosé rameno s průměrem alespoň 10 mm a vzdáleností jeho osy od osy rotace 50 mm (viz Obr. 1). Z rekonstrukce se vyloučí všechna data, která by byla na detektoru zastíněna takovým pro rtg. záření nepropustným ramenem, nebo která nelze naměřit kvůli prostorové nekompatibilitě s ramenem. Je možné pro tento režim použít např. data z předchozího režimu, pokud splňuje podmínky umístění vzorku a možnosti otáčení ramene. Je též možné tento režim simulovat umístěním skutečné souosé ocelové tyče takového profilu, která v půdorysu překrývá kruhový průřez naznačený Obr. 1, a která přesahuje svislý rozměr zorného pole scanu na obě strany (nahoru i dolů) alespoň o 30 mm. K měření je též možné využít několik různých vzdáleností s různými zornými poli s tím, že za čas měření (viz níže) se považuje celkový čas potřebný k uskutečnění všech takových měření. Volba úhlu umístění simulovaného ramene vzhledem ke vzorku je libovolná, ale musí být konstantní (rameno rotuje spolu se vzorkem). Tento režim není povinnou součástí dodávky, pokud rekonstrukční software takový režim neumožňuje, nemusí být nabízen a dále zpracováván. V takovém případě dodavatel do kolonky pro výsledek uvede „NE“.



Obr. 1: Schéma ramene in-situ zařízení a jeho stínu v jedné z poloh v průběhu měření.

Postup pro stanovení závazných hodnot k porovnání rozlišovacích schopností přístroje je pak následující:

1. Po provedení potřebného snímání se zaznamená čas měření *Tm* v započatých minutách. Počítá se čas potřebný pro získání všech potřebných dat včetně pohybů od výchozí polohy do konečné, je-li využito možnosti skládání obrazu, pak celkový čas všech potřebných snímání.
2. Provede se primární rekonstrukce absorpce v objemu co největšího zorného pole ve vzorku, které nasbíraná data umožňují rekonstruovat, přičemž minimum je 0,25×0,25×0,25 mm3. Zaznamená se čas potřebný pro rekonstrukci *Tr* v započatých minutách, velikost rekonstruované oblasti *Xr*, *Yr* a *Zr* v milimetrech, přičemž všechny tyto rozměry musí být minimálně 0,25 mm. Není li rekonstruovaná oblast pravoúhlá, za velikost se považuje taková pravoúhlá oblast, která lze do skutečné rekonstuované oblasti celá vepsat. Čas potřebný pro rekonstrukci je čas veškerých výpočtů, které je nutné s použitím předem naměřných dat uskutečnit, aby byla rekonstruována absorpční data v rekonstruované oblasti. Pro rekonstrukci je možno užít algoritmů využívajících výhradně data z měření, nesmí být korigován šum nebo použity jakékoliv dodatečné předpoklady na rozdělení hustoty (absorpce) uvnitř vzorku. Je možné použít korekci na tvar vzorku (beam hardening), ale každý voxel musí připouštět nezávislou hodnotu absorpce. Rozměry voxelu mohou být libovolné s tím, že největší rozměr nesmí být větší než dvojnásobek nejmenšího. Stanoví se objem voxelu *Vx*. Tato data se považují za „původní rekonstruovaná data“.
3. Pro účely dalšího zpracování se uvnitř rekonstruovaného objemu vybere oblast zájmu (ROI), jejíž minimální rozměry jsou 0,25×0,25×0,25 mm3 a musí celá ležet uvnitř vzorku. Je možné též použít celou rekonstruovanou oblast, pokud se celá souvisle nachází uvnitř vzorku. Stanoví se objem oblasti zájmu *V*0 v μm3 a průměrná hodnota absorpce materiálu v ní *A*0. Hodnota absorpce nemusí být normalizována, považuje se za ní libovolné měřítko zeslabení rtg. záření, které je použito v původních rekonstruovaných datech.
4. Za pomoci softwaru pro segmentaci složek vzorku se stanoví prostorové objemové rozložení jednotlivých pórů. Za pór se považuje souvislá oblast s nižší absorpcí o alespoň deseti voxelech, kde jednotlivé voxely mají společnou styčnou plochu, přičemž žádný pór neobsahuje voxel, který by měl styčnou plochu nebo hranu s voxelem příslušejícím jinému póru. Pro účely stanovení poloh a tvarů jednotlivých pórů je možné data zpracovávat libovolnými filtry, pro stanovení tvarů rozsahů pak i libovolné další algoritmy omezující rozlišitelný tvar (vepsané sféry, minimální separace, atp.), není však možné činit dodatečné předpoklady na výsledné statistické rozdělení velikostí či tvarů pórů, neboť to má být předmětem zkoumání. Jediným rozlišovacím znakem póru a materiálu musí být rozdíl v absorpci. Schopnost definovat správné hranice pórů se považuje za test schopnosti sotfwaru pro zpracování dat. Dodavatel zároveň zaznamená postup, jakým k segmentaci pórů dospěl, aby tento postup mohl být reprodukován během ověřovacího měření při dodávce přístroje.
5. Stanoví se postupně počet všech pórů *Nk,* objem všech pórů *Vk* v μm3 (stanovený jako počet voxelů ve všech pórech dané velikostní třídy násobený objemem voxelu *V­­x* v mikrometrech krychlových) a průměrná hodnota absorpce *Ak* v pórech (definovaná obdobně jako v bodě 3) pro póry splňující podmínku minimálního počtu voxelů *Ck*, kde *k* nabývá hodnot od 1 do 10, definovaných v Tabulce 1. Hodnoty absorpce v pórech jednotlivých velikostních tříd se stanovují z původních rekonstruovaných dat. Tyto hodnoty se zaznamenají do Tabulky 1. Pokud by výsledný počet zjištěných pórů v některé velikostní třídě byl nulový, uvede se objem pórů ve stejné hodnotě jako v předchozí velikostní třídě, počet jako nula a stejná hodnota průměrné absorpce jako v předchozí velikostní třídě.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Číslo velikostní třídy | Minimální počet voxelů | Počet pórů | Celkový objem pórů | Průměrná absorpce |
| *k* | *Ck* | *Nk* | *Vk* [μm3] | *Ak* |
| 1 | 10 |  |  |  |
| 2 | 32 |  |  |  |
| 3 | 100 |  |  |  |
| 4 | 317 |  |  |  |
| 5 | 1000 |  |  |  |
| 6 | 3163 |  |  |  |
| 7 | 10000 |  |  |  |
| 8 | 31623 |  |  |  |
| 9 | 100000 |  |  |  |
| 10 | 316228 |  |  |  |

Tabulka 1: velikostní třídy pórů podle jejich minimálního počtu voxelů, Ck≥10(1/2+k/2)

1. Z těchto dat se spočte efektivní prostorové rozlišení *R* v mikrometrech dle následujícího předpisu:

$R=\sqrt[3]{\frac{\sum\_{k=1}^{9}G\_{k}V\_{k}}{\sum\_{k=1}^{9}G\_{k}(N\_{k}-N\_{k+1})}}$,

kde kontrast $G\_{k}=A\_{0}-\frac{A\_{k}V\_{k}-A\_{k+1}V\_{k+1}}{V\_{k}-V\_{k+1}}$. Pokud pro některé *k* platí, že *Vk*=*Vk*+1, dosadí se za *Gk* hodnota *Gk*-1.

Dodavatel buďto doplní Tabulku 1 a uvede hodnoty *A*0 a *V*0 s tím, že hodnoty *V*k se vyplňují v celých mikrometrech krychlových, a výpočet hodnoty *R* přenechá zadavateli, nebo vyplní tabulku, uvede hodnoty *A*0 a *V*0 a vypočte hodnotu *R* v mikrometrech, výsledek uvede na 2 desetinná místa, přičemž pak se za závaznou hodnotu považuje hodnota *R* vyplněná dodavatelem, pakliže zadavatel neshledá v jejím výpočtu zásadní chybu. Dodavatel může záměrně udat vyšší hodnotu *R*, než by odpovídala tabulce, pokud si není jist reprodukovatelností výsledků v rámci přijatelné tolerance (viz níže).

Hodnoty *Tm* a *Tr* jsou považovány za závazné a budou ověřovány při předání přístroje, přičemž na provedení měření a rekonstrukce nesmí být potřeba čas delší než 1,1-násobek uvedených hodnot. To je mezní přípustná odchylka hodnot, která se považuje za odpovídající deklarovaným hodnotám. Pokud dodavatel nemá při měření k dispozici vybavení přesně odpovídající předmětu dodávky, může tyto hodnoty odhadnout s tím, že odhad musí být natolik konzervativní, aby výše uvedenou podmínku bylo možno splnit.

Hodnoty *Xr*, *Yr*, *Zr* a *Vx* jsou směrné a dodavatel musí při ověření nastavit takové podmínky experimentu, aby jich mohl dosáhnout s přesností ±10% z uvedených hodnot.

Hodnota *R* je závazná. Dodavatel musí být schopen zopakovat postup stanovení jednotlivých pórů, který použil pro sestavení nabídky, přičemž výsledná hodnota rozlišení *R* nesmí být větší než 1,2-násobek hodnoty uvedené v nabídce. To je mezní přípustná odchylka hodnoty, která se považuje za odpovídající deklarované hodnotě. Pro ověření se přitom použije týž vzorek titanové pěny, který si dodavatel pro tento účel uchovává do ukončení dodávky u sebe. Při podezření, že došlo k záměně vzorku, může zadavatel ověřit pravost vzorku kontrolním snímkem leštěné facety vzorku v řádkovacím elektronovém mikroskopu (SEM) a porovnáním s původním snímkem, který si pro tyto účely uchovává a který je uchazeči dodán spolu s kontrolním vzorkem.

**Proceedings for measurement of resolution of details in metal samples’ structure**

In order to compare the capability of displaying the details in composition inside metal specimens between particular instruments, the purchaser chose a sample of titanium foam. The foam is dense and constitutes of compact titanium with pores inflated by gas. The absorption density of gas inside the pores is negligible with respect to surrounding titanium. The sizes of the pores range from sub-micron to multiple-micron-sized, which originated by coalescence of smaller pores during fast melting of original mixture of titanium powder and the inflating agent. The number and total volume of larger pores decreases proportionally to the number of pores that had to coalesce to form the large pore. The instrument that is capable of detecting the small pores must therefore be able to detect a substantial part of the pore volumes in small pores, which moreover shall exhibit obvious absorption drop with respect to surrounding material.

The instrument will be utilised in several basic modes, while for comparison two basic and one complimentary mode was selected.

1. The mode of maximum resolution in defined minimum field of view

The sample shall be placed in such distance from the X-ray source and the detector to achieve the field of view at least 0.25×0.25×0.25 mm3. Alternatively, several scans are possible with subsequent correlative image stitching. This procedure needs to be the part of the basic reconstruction software.

1. The mode of maximum resolution in sample position for measurement with temperature and loading cell
The sample shall be placed in such distance from the X-Ray source and the detector, in which it could be mounted inside the temperature and loading cell which is part of the bid, and in which distance the field of view can show at least 0.25×0.25×0.25 mm3­ of the sample volume.
2. The mode of maximum resolution in sample position for other in/situ experiments with limited angular window (LRA)
The sample shall be placed in such distance from the X-Ray source and the detector, in which it is possible that between the X-ray source and the detector one coaxial cylindrical arm with at least 10 mm diameter and the distance of the arm axis and the rotation axis is 50 mm (cf. Figure 1) can be placed. The data that are shadowed by such arm or that cannot be measured because of space incompatibility of the arm rotation shall be excluded from the reconstruction. It is possible to utilize the data from the previous mode, if it the distances meet required specification. It is also possible to simulate this reigime by placing a real coaxial steel bar of such profile that covers the circular cross-section depicted in Figure 1 in ground plan and overreaches the vertical dimensions of field of view by at least 30 mm in both directions (up and down). It is also possible to utilize several different scan distances with different fields of view providing that the time of measurement (see below) comprises time necessary to perform all such scans. The choice of simulated arm angle with respect to sample orientation is arbitrary but it has to be kept constant (the arm is rotating with the sample). This mode is not a mandatory part of the bid; if the reconstruction software does not allow for such reconstruction from limited angular window, the mode need not to be offered and the proofing data further processed. In that case, the vendor fills “NE” (“no”) instead of results.



Fig. 1: The drawing of non-transparent in-situ arm in one of its rotation positions around the sample.

The proceedings for establishment of binding values for comparison of resolution capability of the instrument are as follows:

1. After all necessary scanning the time of the measurement *Tm* is recorded in minutes rounded upwards. The time is counted from the start including all necessary intensity data collections as well as all necessary motions; if the image stitching mode is utilised, the total time shall count all necessary scans.
2. Primary reconstruction of the absorption in the largest possible field of view of the sample is performed, while the minimum requirement is 0.25×0.25×0.25 mm3. The time required for the reconstruction *Tr* is recorded in minutes rounded upwards, as well as dimensions of the reconstructed volume *Xr*, *Yr* and *Zr* in millimetres, while each of these dimensions must be at least 0.25 mm. Should the reconstructed volume shape not be rectangular, the rectangular volume that is possible to fit completely inside the true reconstructed volume is considered. The time *Tr* comprises the time elapsed to perform all necessary calculations from previously acquired data to reconstruct the absorption in the reconstructed volume. For the reconstruction the algorithms utilising solely the measured data shall be employed, the noise shall not be suppressed, nor shall any other assumptions on the density distribution inside the sample be made. It is possible to employ correction for the specimen shape (beam hardening), but each voxel must allow independent value of absorption. Dimensions of the voxels can be arbitrary providing that the largest dimension is not greater than twice the shortest. The voxel volume *Vx* is determined. These data are further referred to as “original reconstructed data”.
3. For further processing purposes the range of interest (ROI) is selected in the reconstructed volume that is completely inside the sample and the minimum dimensions of which are 0.25×0.25×0.25 mm3 and which is completely embedded inside the specimen. It is possible to utilize the whole reconstructed volume, if the whole volume lies inside the specimen. The volume of ROI *V*0 in µm3 is calculated and the average absorption *A*­0 of the material inside ROI is determined. The absorption value need not to be normalized, any measure of X-ray signal damping that was used in original reconstructed data is sufficient.
4. Using the software for component segmentation the volume distribution of particular pores is determined. As a pore it shall be considered a continuous volume with reduced absorption comprising at least 10 voxels where all the voxels constituting particular pore have at least one common facet with other voxel from the same pore, while no voxel of one pore possesses common facet or edge with a voxel belonging to another pore. In order to determine the positions and shapes of the pores the data can be filtered arbitrarily, algorithms limiting the recognized shapes can be applied as well (minimum embedded spheres, minimum separation for not-connected pores, etc.); it is not allowed to make further assumptions on the resulting size or shape distribution which shall be the output. The only primary indication of the pore shall be the absorption; the ability of the software to define the pore boundaries is considered as part of the testing procedure. The vendor also records the proceedings by which the pore segmentation was acquired to be able to reconstruct it by the verification procedure upon delivery.
5. From the list of all observed pores, the number of pores *Nk* and total volume of pores *Vk* and mean absorption *Ak* inside pores (not normalized) is determined for all pores that fulfil the minimum voxel count condition *Ck* (for *k* counting from 1 to 10) defined in Table 1. The total volume of pores *Vk* is the total number of voxels of each size category multiplied by voxel volume *V­x* in cubic micrometres. The mean absorption inside the pores is determined from original reconstructed data (prior to any filtering). All these values are recorded into Table 1. Should the number of pores in some category be zero, then *N­k*=0, *Ak* = *Ak*-1 and *Vk* = *Vk*-1 are recorded.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Category number | Minimum voxels | Number of pores | Total volume of pores | Average absorption |
| *k* | *Ck* | *Nk* | *Vk* [μm3] | *Ak* |
| 1 | 10 |  |  |  |
| 2 | 32 |  |  |  |
| 3 | 100 |  |  |  |
| 4 | 317 |  |  |  |
| 5 | 1000 |  |  |  |
| 6 | 3163 |  |  |  |
| 7 | 10000 |  |  |  |
| 8 | 31623 |  |  |  |
| 9 | 100000 |  |  |  |
| 10 | 316228 |  |  |  |

Table 1: Size categories of pores according to their minimum number of voxels, *Ck*≥10(1/2+*k*/2)

1. The efficient resolution *R* in micrometres is calculated from values of Table 1 according to following formula:

$ R=\sqrt[3]{\frac{\sum\_{k=1}^{9}G\_{k}V\_{k}}{\sum\_{k=1}^{9}G\_{k}(N\_{k}-N\_{k+1})}}$,

Where contrast $G\_{k}=A\_{0}-\frac{A\_{k}V\_{k}-A\_{k+1}V\_{k+1}}{V\_{k}-V\_{k+1}}$. If any *Vk*=*Vk*+1, then *Gk* is equal to *Gk*-1 (previous result).

The vendor either fills Table 1 and specifies the values *A*0 and *V*0 providing the values of *Vk* are given as integer in cubic micrometres and the calculation of value *R* will be performed by purchaser, or the vendor fills Table 1, specifies the values *A*0 and *V*0 and computes value *R* with results given in micrometres with two literals after decimal point — then the binding value is the vendor’s result unless the purchaser finds serious error in it. The vendor can purposely claim larger value of *R* in case they are not sure if the calculated value is reproducible within the limits of maximum admissible deviation (see below).

Values of *Tm* and *Tr* are considered as binding and will be verified upon acceptance; for the measurement and reconstruction the true elapsed time shall not take more than 1.1-multiple of given values. This is a maximum admissible deviation of values that is considered to be corresponding to declared values. If the vendor does not have exactly the same equipment that will be delivered, they can estimate these values, providing the estimate is conservative enough to fulfil the condition mentioned above.

The values of*Xr*, *Yr*, *Zr* and *Vx* are indicative, the vendor shall be able to set up such experiment conditions during the acceptance test that these values do not differ more than ±10% from declared values.

The value *R* is binding. The vendor shall be able to repeat the proceedings of data analysis that was used to prepare the bid, while the resulting value of *R* shall not yield greater number than 1.2-multiple of declared value (or value that was calculated by the purchaser). This is a maximum admissible deviation of this value that is considered to be corresponding to declared value. For verification, the same specimen of titanium foam will be used — it shall be kept by the vendor for this purpose. Should the identity of the specimen come into question, the purchaser is entitled to verify the authenticity of the specimen by scanning the polished facet of the specimen in SEM and compare it with the original image that was recorded and that was also handed to the vendor with the specimen.