

G01N 23/207 (2018.01)
G01N 23/223 (2006.01)

(19)
 ČESKÁ
 REPUBLIKA



ÚŘAD
 PRŮMYSLOVÉHO
 VLASTNICTVÍ

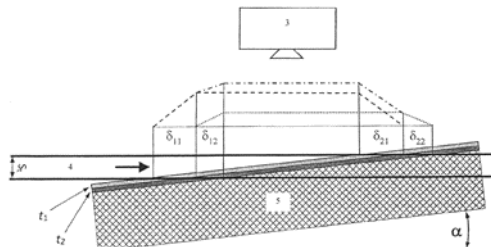
(21) Číslo přihlášky: **2019-727**
 (22) Přihlášeno: **28.11.2019**
 (40) Zveřejněno: **13.01.2021**
(Věstník č. 2/2021)
 (47) Uděleno: **03.12.2020**
 (24) Oznámení o udělení ve věstníku: **13.01.2021**
(Věstník č. 2/2021)

(56) Relevantní dokumenty:
 CZ 20150027.

(73) Majitel patentu:
 Ústav teoretické a aplikované mechaniky AV ČR,
 v.v.i., Praha 9, Prosek, CZ
 (72) Původce:
 Ing. Daniel Vavřík, Ph.D., Praha 8, Libeň, CZ
 (74) Zástupce:
 PatentCentrum Sedlák & Partners s.r.o., Okružní
 2824, 370 01 České Budějovice, České Budějovice
 3

(54) Název vynálezu:
**Způsob nedestruktivního zkoumání
 vrstevnaté struktury**

(57) Anotace:
 Technické řešení se týká způsobu nedestruktivního zkoumání vrstevnaté struktury, v rámci kterého se zkoumaný objekt (5) v místě zájmu ozařuje rovinným svazkem (4) pronikavého záření s ostrou hranou pod úhlem (α) dopadu v řádech jednotek stupňů, načež se zobrazovací kamerou (3) zaznamenává fluorescenční záření a rozptýlené částice, z jejichž zaznamenaného signálu se vyhledají pasáže (δ) s rostoucí/klesající změnou hodnot signálu, načež je určena tloušťka vrstvy pomocí vztahu $t_n = \delta_n \cdot \text{tg } \alpha$.



Způsob nedestruktivního zkoumání vrstevnaté struktury

Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu nedestruktivního zkoumání vrstevnaté struktury ležící na substrátu, který je vůči vrstevnaté struktuře masivní z hlediska poměru celkové tloušťky vrstevnaté struktury a tloušťky substrátu. Způsob podle vynálezu je zejména určen pro nedestruktivní zkoumání polychromie na cenných uměleckých dílech a památkách, jako jsou středověké malby a sochy, ale lze jej použít i v jiných úlohách zaměřených na nedestruktivní zkoumání vrstevnaté struktury.

10

Dosavadní stav techniky

Nedestruktivní zkoumání vrstevnaté struktury (tj. stratigrafie), která pokrývá masivní a strukturovaný substrát, jako je například dřevo, je poměrně složitou úlohou. Jako příklad takové vrstevnaté struktury můžeme uvést polychromii středověkých deskových maleb a soch. Celková tloušťka polychromie je v řádu desetin milimetru, tloušťka jednotlivých vrstev je pak v řádu od jednotek mikrometrů po desítky mikrometrů. Vzhledem ke značnému nepoměru mezi tloušťkou polychromie a dřevěného substrátu není reálné běžnou metodou počítačové tomografie popsat vrstevnaté složení polychromie s dostatečným rozlišením.

15

20

Celková tloušťka vrstevnatého povlaku může být měřena na vybraném místě pomocí ultrazvuku, jak uvádí dokument DOI: 10.4067/S0718-221X2018005041301, avšak stratigrafická data nejsou tímto způsobem získána.

25

Stratigrafie se běžně provádí pomocí techniky konfokální rentgenové fluorescence za pomoci kapilární rentgenové optiky, jak je uvedeno v dokumentu DOI: 10.1016/j.radphyschem.2019.05.005. Tato metoda je poměrně časově náročná a je určena především pro měření pouze na vybraných místech zkoumaného objektu, zatímco průzkum větších ploch zkoumaného objektu je z hlediska celkové doby měření problematický.

30

Další možnou technikou pro zkoumání stratigrafie je takzvaná Comptonova zobrazovací tomografie, o které je psáno např. v přihlášce vynálezu CZ 2015-623 A3, a dále v článku autora K. Osterloh et. al., X-RAY backscatter imaging with a novel twisted slit collimator (In. ECNDT 2012, NDT.net, 2010). Comptonova zobrazovací tomografie využívá zpětně rozptýlené fotony, pocházející z oblasti ozařované tenkým a rovinným rentgenovým svazkem. Tato metoda byla vyvinuta pro kontrolu dílů, které jsou přístupné pouze z jedné strany, s rozlišením typicky na úrovni stovek mikrometrů. Princip je následující: objekt je ozařován rovinným svazkem rentgenového záření, který prochází povrchem objektu pod zvoleným úhlem dopadu (obvykle 45°); rentgenová kamera sleduje zkoumaný řez ze strany – kolmo k rovině rovinného svazku, čímž se získávají informace o struktuře objektu v jednom řezu. Trojrozměrná data se zaznamenávají skenováním zkoumaného objektu řez po řezu s ekvidistantním krokem.

35

40

45

50

55

Nevýhody výše uvedené metody spočívají v tom, že pro mikrometrické rozlišení musí být rovinný svazek velmi tenký, zatímco prostorový krok mezi řezy musí být minimalizován. Přesněji musí být tloušťka svazku a velikost obrazových pixelů použité rentgenové kamery srovnatelné s požadovaným rozlišením. To vede k neúnosnému prodloužení celkové doby měření, aby bylo možné analyzovat přiměřeně velkou plochu zkoumaného objektu. Navíc intenzita původního divergentního rentgenového svazku z rentgenky tím dramaticky klesá, když je původní rentgenový svazek přetvořen na tenký rovinný svazek.

50

55

V jiném vynálezu, známém z přihlášky vynálezu CZ 2015-27 A3, je pro zkoumání vrstevnaté struktury na uměleckých dílech použit rovinný svazek rentgenového záření, který proniká zkoumanou oblastí zkoumaného objektu pod ostrým úhlem dopadu. Současně s průnikem

55

rentgenového svazku je zaznamenáván vystupující rentgenový svazek (transmisní měření), a dále je snímáno fluorescenční záření vystupující z ozařovaného materiálu zkoumané oblasti dvěma způsoby, a to nezakrytým detektorem pro analýzu prvkového složení, a současně zakrytým detektorem, jehož kryt je opatřen dírkou pro geometricky popsateľný prostup a dopad fluorescenčního záření na citlivou plochu detektoru.

Nevýhody výše uvedeného řešení spočívají v tom, že je vynalezený způsob komplikovaný, neboť tloušťka použitého rovinného svazku musí být pro rozlišení mikrometrech rovněž v mikrometrech, čímž je rovinný svazek velmi utlumen, a dále že je potřeba analyzovat data ze třech detektorů, načež je nezbytné dílčí výsledky složit do výsledného výstupu. Komplikovaný způsob měření vyžaduje komplikované zařízení k jeho provádění, což zvyšuje cenu vynálezu, zvyšuje pravděpodobnost poškození, či výpadku funkčnosti.

Úkolem vynálezu je vytvoření způsobu nedestruktivního zkoumání vrstevnaté struktury, který by dosahoval vysokého rozlišení v mikrometrech za použití rovinného svazku s tloušťkou v milimetrech, který by byl postupově, a i z hlediska zařízení k jeho provádění konstrukčně jednodušší než známá řešení, a který by optimalizoval rychlost realizace měření do přijatelných hodnot, oproti známým řešením.

Podstata vynálezu

Vytčený úkol je vyřešen způsobem nedestruktivního zkoumání vrstevnaté struktury podle níže uvedeného vynálezu.

Způsob nedestruktivního zkoumání vrstevnaté struktury je složen z postupových kroků:

- a) místo zájmu zkoumaného objektu se ozařuje rovinným svazkem pronikavého záření dopadajícím na místo zájmu pod ostrým úhlem dopadu,
- b) fluorescenční záření a rozptýlené částice vystupující z ozařovaného místa zájmu zkoumaného objektu se snímají alespoň jednou zobrazovací kamerou pronikavého záření,
- c) signál ze zobrazovací kamery se vyhodnocuje pro stanovení výsledků nedestruktivního měření vrstevnaté struktury.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že se pro postupový krok a) vymodeluje alespoň jedna strana rovinného svazku pronikavého záření do ostré hrany použitím štěrbinového kolimátoru s rovinným a hladkým povrchem štěrbiny. Díky ostré hraně je dobře rozpoznatelné rozhraní mezi nezasaženým a zasaženým materiálem rovinným svazkem pronikavého záření.

V rámci pokusných měření bylo zjištěno, že rovinný a hladký povrch skla ve štěrbině kolimátoru má díky odrazu pronikavého záření oproti předpokládanému zeslabení intenzity právě naopak zesilující účinek na pronikavé záření při ostrých hranách rovinného svazku pronikavého záření.

Současně je výhodné, pokud se v rámci postupového kroku a) použije velikost úhlu dopadu v rozmezí od 0° do 10° , neboť je rozlišení v měření tlouštěk vrstev nepřímou úměrné tangentu úhlu dopadu rovinného svazku na povrch místa zájmu zkoumaného objektu. Pokud má úhel dopadu hodnotu jednotek stupňů, můžeme při rozlišení zobrazovací kamery na úrovni desítek mikrometrů měřit tloušťky vrstev s přesností jednotek mikrometrů.

Rovněž se s výhodou v rámci postupového kroku c) v charakteristice celkového signálu vyhledají pasáže signálu s rostoucí a/nebo s klesající změnou hodnot, které se zaregistrovaly pro oblast průniku svazku pronikavého záření u jeho ostré hrany místem zájmu zkoumaného objektu, načež se z jejich počtu a průběhu stanoví počet a tloušťka jednotlivých vrstev vrstevnaté struktury

v ozařovaném místě zájmu zkoumaného objektu. Je výhodné, že registrovaný signál obsahující fluorescenční a rozptýlené fotony narůstá postupně, jak hlouběji zasahuje do první vrstvy vrstevnaté struktury, zatímco signál s nárůstem pro následující vrstvu vrstevnaté struktury se neprojevuje do chvíle, než hrana pronikavého svazku prostoupí kompletně první vrstvou. Od konce první vrstvy je možné detekovat další nárůst signálu způsobený průnikem hrany svazku druhou vrstvou. V případě, že se sleduje oblast výstupu hrany svazku pronikavého záření z vrstevnaté struktury, lze analogicky sledovat pokles signálu.

Kromě tloušťek vrstev vrstevnaté struktury je získána celková informace o stavu a složení povrchových vrstev pomocí analýzy fluorescenčních a rozptýlených fotonů z oblasti materiálu ležící mezi vstupem a výstupem rovinného svazku, kdy jsou povrchové vrstvy kompletně uvnitř tohoto svazku. Šířka svazku pronikavého záření může být libovolně zvolena a může být relativně veliká, typicky o řád větší než u jiných výše popsanych metod.

S výhodou se použije rentgenová zobrazovací kamera citlivá na nízkoenergetické rtg fotony, která má rozlišení na úrovni desítek μm . Lze použít nízkoenergetické rentgenové záření, které zejména u organických substrátů, jako je např. dřevo, nezpůsobuje přílišné generování sekundárního pronikavého záření v materiálu dřeva.

Vynalezený způsob pomáhá urychlit nedestruktivní měření vrstevnaté struktury, nevede k dramatickému poklesu intenzity u rentgenového svazku při jeho formování do rovinného tvaru, neboť velikost tloušťky svazku může být znatelně větší než velikost požadovaného rozlišení, významně zjednodušuje známé postupy a zařízení k provádění nedestruktivní stratigrafie, a zachovává si vysoké rozlišení měření.

Objasnění výkresů

Uvedený vynález bude blíže objasněn na následujících vyobrazeních, kde:

obr. 1 znázorňuje schematické vyobrazení provádění vynalezeného způsobu měření,

obr. 2 zjednodušeně znázorňuje princip stratigrafického měření využívajícího ostrou hranu rovinného svazku,

obr. 3 graf s charakteristikou signálu z měření testovacího vzorku s dvouvrstvou polychromií.

Příklad uskutečnění vynálezu

Na obr. 1 je schematické vyobrazení způsobu nedestruktivního měření vrstevnaté struktury na povrchu zkoumaného objektu $\underline{5}$, kterým je například malba na dřevěné desce, plátno obrazu atp. Mocnost vrstev vrstevnaté struktury je násobně menší, než mocnost nosného substrátu zkoumaného objektu $\underline{5}$.

Ze zdroje $\underline{1}$ pronikavého záření je vyzařován svazek pronikavého záření, který je v kolimátoru $\underline{2}$ vymodelován do rovinného svazku $\underline{4}$ pronikavého záření s ostrou hranou. Tento rovinný svazek $\underline{4}$ dopadá na místo zájmu zkoumaného objektu $\underline{5}$, kterým začne pronikat. Současně je v materiálu ležícím v průniku rovinného svazku $\underline{5}$ generováno sekundární pronikavé záření složené z fluorescenčního záření a z rozptýlených částic. Toto sekundární záření je registrováno zobrazovací kamerou $\underline{3}$. Signál ze zobrazovací kamery $\underline{3}$ je posléze vyhodnocen.

Princip způsobu je názorně vyobrazen na obr. 2, kde je vidět řez místem zájmu zkoumaného objektu $\underline{5}$, a dále je vidět řez rovinným svazkem $\underline{4}$ pronikavého záření s ostrou hranou. Současně je naznačen směr jeho šíření prostorem. Tloušťka \underline{S}_t rovinného svazku $\underline{4}$ je konstantní. Úhel $\underline{\alpha}$

dopadu je ostrý o velikosti v jednotkách stupňů. Na zkoumaném objektu 5 leží dvě povrchové vrstvy s tloušťkami t_1 a t_2 .

Jak je z obr. 2 patrné, čím hlouběji zasahuje rovinný svazek 4 do první vrstvy vrstevnaté struktury, tím více se zesiluje měřený signál, jak je vidět na první rostoucí pasáži δ_{11} signálu. Na přechodu mezi první a druhou vrstvou se stává signál z první vrstvy v podstatě konstantním, přičemž je postřehnutelná druhá rostoucí pasáž δ_{12} signálu pro druhou vrstvu. Obdobné chování platí i v oblasti výstupu rovinného svazku 4 z místa zájmu zkoumaného objektu 5, kde pro první vrstvu je viditelná pasáž δ_{21} signálu s klesajícími hodnotami, a následně je patrná druhá pasáž δ_{22} signálu s klesajícími hodnotami pro druhou vrstvu.

Pro názornost a rychlé pochopení vynalezeného způsobu byl růst a/nebo pokles v pasážích δ signálu obou vrstev vyobrazen lineárně, avšak ve skutečných podmínkách lze očekávat nelineární chování signálu. Současně byl pro zjednodušení ukázky zanedbán příspěvek k celkovému signálu ze substrátu.

Co se týče určení tloušťky libovolné první vrstvy je rovnice následující:

$$t_1 = \delta_{11} \cdot \operatorname{tg} \alpha$$

Co se týče určení tloušťky libovolné n-vrstvy je rovnice následující:

$$t_n = \delta_{1n} \cdot \operatorname{tg} \alpha$$

Co se týče určení celkové tloušťky povrchové struktury je rovnice následující:

$$T = \Sigma t_n = \delta_{1n} \cdot \operatorname{tg} \alpha$$

Prakticky stejné rovnice jsou platné pro vrstvy v oblasti výstupu rovinného svazku 4 z místa zájmu zkoumaného objektu 5.

Přesnost měření je tedy ovlivněna kvalitou celkového signálu, ve kterém se vyhledávají pasáže δ signálu týkající se prostupu skrz vrstevnatou strukturu.

Zdrojem 1 pronikavého záření je rentgenka pracující na napětí 40 kV a proudu 0,5 mA. Svazek pronikavého záření byl pomocí štěrbinového kolimátoru 2 z olověného skla vymodelován na rovinný svazek 4 pronikavého záření o tloušťce 0,5 mm. Plochý zkoumaný objekt 5 byl uspořádán na manipulační stolek a rovinný svazek 4 pronikavého záření dopadal na místo zájmu zkoumaného objektu pod úhlem α dopadu o velikosti 5° .

Jako zobrazovací kamera 3 byla použita dírková XRF kamera orientována kolmo k povrchu zkoumaného objektu, tzn., že detektor XRF kamery byl paralelně orientován s rovinným svazkem 4 pronikavého záření. XRF kamera byla nainstalována na unašeč, který ji naváděl pro nerušený příjem sekundárního záření. XRF kamera byla vybavena Timepix detektorem s tloušťkou křemíkového senzoru 300 μm , jenž měl rozlišení 256x256 čtvercových pixelů s délkou strany 55 μm . Sekundární záření bylo promítáno skrz díрку XRF kamery o průměru 100 μm . Detekční práh XRF kamery byl nastaven na 3 keV pro odfiltrování šumu detektoru.

Data byla zaznamenávána v čase pro všechny události překonávající práh 3 keV a posléze byla analyzována v rámci metody analýzy po jednotlivých událostech, což poskytlo informaci o energii každé zaznamenané částice.

Pozorovaný povrch místa zájmu zkoumaného objektu 5 byl zvětšen násobkem 1,4 vzhledem k vzdálenosti dírkové XRF kamery a zkoumaného objektu 5 pro dosažení poměru, ve kterém jeden pixel detektoru XRF kamery odpovídá 40 μm povrchu místa zájmu zkoumaného povrchu 5.

V grafu na obr. 3 se záznamem signálu pro zkušební vzorek s dvouvrstvou polychromií lze spatřit pasáž signálu mezi hodnotami 0,533 mm a 0,943 mm, kde hodnota 0,533 reprezentuje začátek první vrstvy polychromie, jenž začne s postupujícím rovinným svazkem $\underline{4}$ emitovat sekundární záření reprezentované signálem, a hodnota 0,943 reprezentuje začátek příspěvku k sekundárnímu záření od druhé vrstvy polychromie, z čehož lze úvahou odvodit, že první vrstva skončila.

Další pasáž signálu sekundárního záření je mezi hodnotami 0,943 mm a 1,476 mm, kdy je patrný nárůst intenzity sekundárního záření způsobeného od stále hlouběji pronikajícího rovinného svazku $\underline{4}$ do hloubky druhé vrstvy, načež v hodnotě 1,476 mm dojde k náhlému poklesu, který lze úvahou přisoudit k tomu, že rovinný svazek $\underline{4}$ opustil druhou vrstvu polychromie.

Úhel dopadu při testovacím měření byl 5° . Tangens úhlu o velikosti 5° má hodnotu 0,09.

Pro výpočet celkové tloušťky polychromie v místě zájmu na testovacím vzorku lze použít níže uvedený výpočet s dosazením do vzorce:

$$t_c = (1476 \mu\text{m} - 533 \mu\text{m}) \cdot 0,09$$

$$t_c = 84 \mu\text{m}$$

Výpočet tloušťky první vrstvy polychromie je následující:

$$t_1 = (943 \mu\text{m} - 533 \mu\text{m}) \cdot 0,09$$

$$t_1 = 37 \mu\text{m}$$

Výpočet tloušťky druhé vrstvy je jednoduchý rozdíl:

$$t_2 = t_c - t_1$$

$$t_2 = 84 - 37$$

$$t_2 = 47 \mu\text{m}$$

Uvedené výsledky souhlasily s experimentálním měřením kontrolní metodou.

Průmyslová využitelnost

Způsob nedestruktivního zkoumání vrstevnaté struktury podle vynálezu nalezne uplatnění ve výzkumu a restaurování uměleckých děl, dále v oblasti analýzy kvality povrchové úpravy aplikované na masivním substrátu, např. u měření mocnosti ochranných nátěrů.

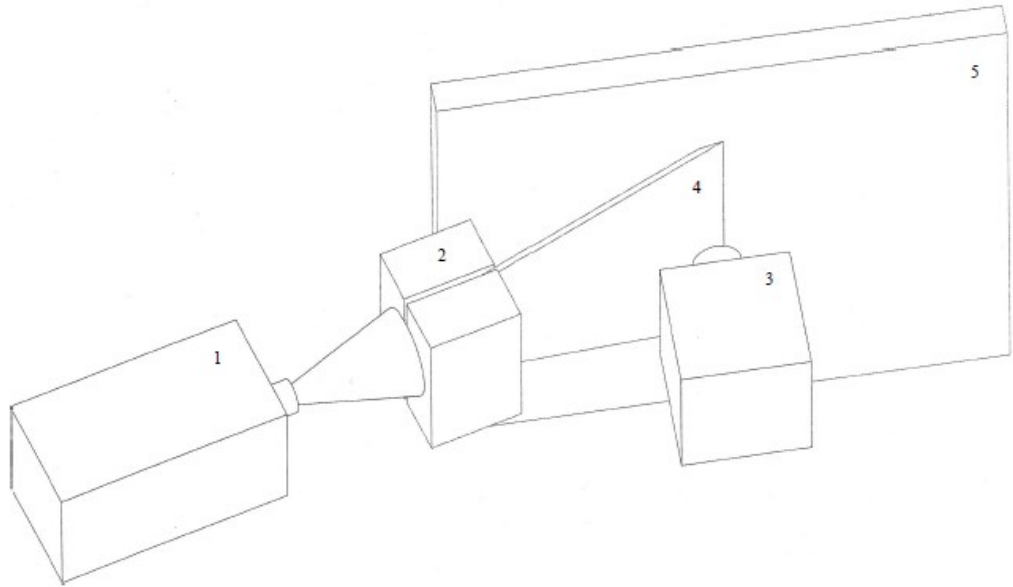
PATENTOVÉ NÁROKY

- 5 1. Způsob nedestruktivního zkoumání vrstevnaté struktury sestávající z postupových kroků:
- a) místo zájmu zkoumaného objektu (5) se ozařuje rovinným svazkem (4) pronikavého záření dopadajícím na místo zájmu pod ostrým úhlem (α) dopadu,
- 10 b) fluorescenční záření a rozptýlené částice vystupující z ozařovaného místa zájmu zkoumaného objektu (5) se snímají alespoň jednou zobrazovací kamerou (3) pronikavého záření,
- c) signál ze zobrazovací kamery (3) se vyhodnocuje pro stanovení výsledků nedestruktivního měření vrstevnaté struktury,
- 15 **vyznačující se tím**, že se pro postupový krok a) vymodeluje alespoň jedna strana rovinného svazku (4) pronikavého záření do ostré hrany použitím štěrbinového kolimátoru (2) s rovinným a hladkým povrchem štěrbiny, že se v rámci postupového kroku a) použije velikost úhlu (α) dopadu v rozmezí od 0° do 10° , dále že se v rámci postupového kroku c) v charakteristice celkového signálu vyhledají pasáže (δ) signálu s rostoucí a/nebo s klesající změnou hodnot, které se zaregistrovaly pro oblast
- 20 průniku rovinného svazku (4) pronikavého záření u jeho ostré hrany místem zájmu zkoumaného objektu (5), načež se z jejich počtu a průběhu stanoví počet a tloušťka (t) jednotlivých vrstev vrstevnaté struktury v ozařovaném místě zájmu zkoumaného objektu (5).
2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se použije rentgenové záření.
- 25 3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, **vyznačující se tím**, že se použije zobrazovací kamera (3) s rozlišením na úrovni desítek μm .

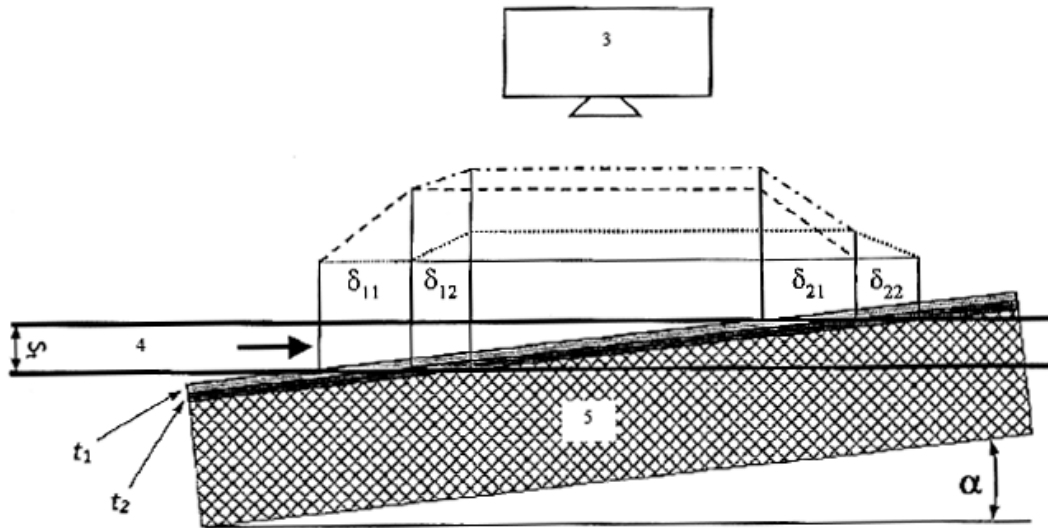
30 3 výkresy

Seznam vztahových značek

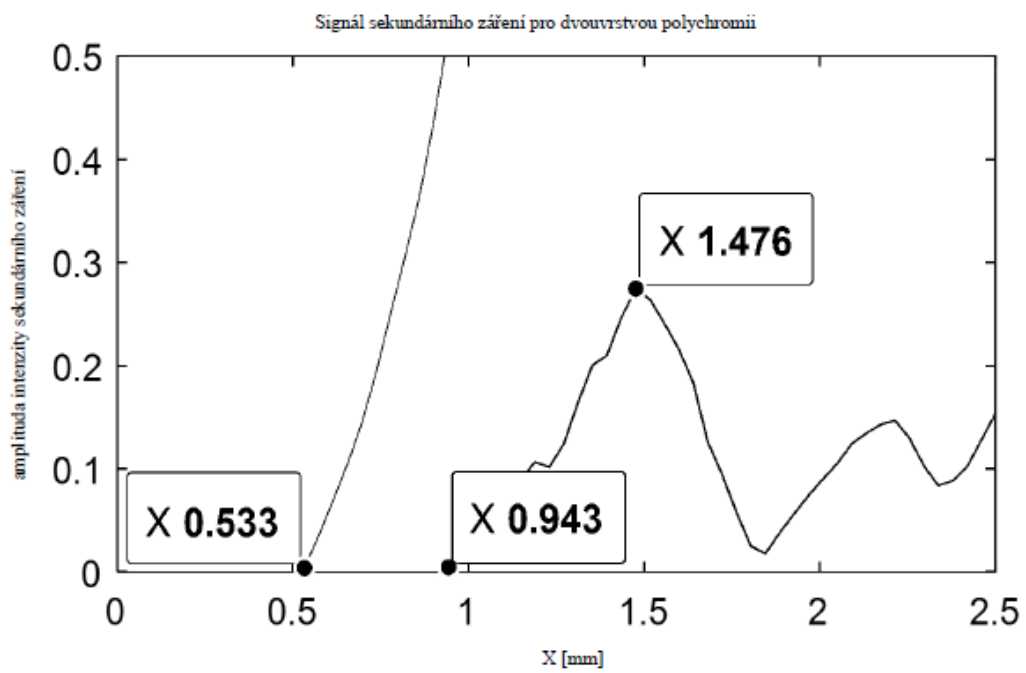
- 1 zdroj pronikavého záření
 2 kolimátor pronikavého záření
 3 zobrazovací kamera
 4 rovinný svazek pronikavého záření s ostrou hranou
 5 zkoumaný objekt
 α úhel dopadu
- δ_{11} pasáž signálu s rostoucí změnou hodnot pro první vrstvu
 δ_{12} pasáž signálu s rostoucí změnou hodnot pro druhou vrstvu
 δ_{21} pasáž signálu s klesající změnou hodnot pro první vrstvu
 δ_{22} pasáž signálu s klesající změnou hodnot pro druhou vrstvu
 t_1 tloušťka první vrstvy
 t_2 tloušťka druhé vrstvy
 S_t tloušťka rovinného svazku pronikavého záření



Obr. 1



Obr. 2



Obr. 3