

# Fyzika ve firmách: Český metrologický institut

**Petr Klapetek, Dominik Pražák, Jindřich Bílek, Pavel Klenovský**

2015

# Metrologie

Žádné měřidlo neměří absolutně přesně, jeho metrologické parametry se vlivem různých faktorů s časem mění, a to jak ve smyslu odchylky od příslušné referenční hodnoty (chyba), tak ve smyslu rozptylu hodnot při opakovaných měřeních (nejistota)

Příklad: maximální dovolené chyby u stanovených měřidel, např. radarového rychloměru + 3 km/h do 100 km/h

**Smysl metrologie:** zajištění jednotnosti a správnosti měření v rozsahu daném zamýšleným použitím prostřednictvím různých činností jako je kalibrace, ověřování atd.

# Historický vývoj

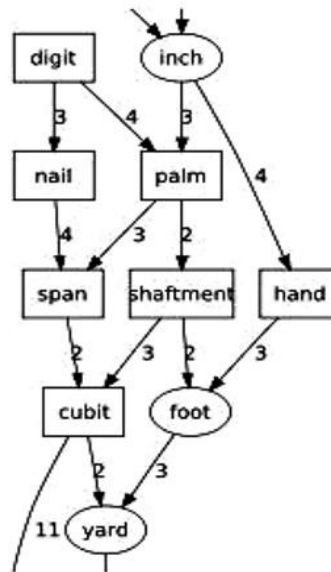
Metrologie jako nutná podmínka obchodu.

Míry a váhy začaly vznikat v 4.-3. tisíciletí př. n. l. v oblastech, kde se rozvíjelo zemědělství a s tím i spojené zavlažování (údolí Nilu, Mezopotámie, Paňdžáb).

Jednotka délky - délka faraónova předloktí plus šířka dlaně – **loket**

Žulový etalon, dřevěné pracovní etalony, povinné kalibrace každý měsíc, dosahovaná přesnost 0,05 % !

Kruté tresty za nedodržení jednotnosti a správnosti kalibrace



# Historický vývoj v českých zemích

- 11. stol. doloženy měrné a váhové jednotky, musely však existovat již mnohem dřív
- 1268 nařízení krále Přemysla Otakara II. o obnovení měr a vah - královské míry
- 1358 Karel IV. - úprava měr, praktické rozšíření pražských měr
- 1765 císařským patentem zavedeny dolnorakouské míry a váhy
- 1875 Rakousko přistoupilo k metrické konvenci
- 1876 zákonem zavedena metrická soustava
- 1918 Československý ústřední inspektorát pro službu cejchovní
- 1922 Československo přistoupilo k metrické konvenci
- 1966 zřízen Metrologický ústav v Praze
- 1980 od 1. ledna uzákoněna soustava jednotek SI
- 1993 zřízení Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví a Českého metrologického institutu
- 1999 ČMI podepsal dohodu CIPM MRA o vzájemném uznávání etalonů a certifikátů

# Základy soudobého systému jednotek

1799 – desetinná metrická soustava.

**1875 – metrická konvence, zřízeno BIPM.**

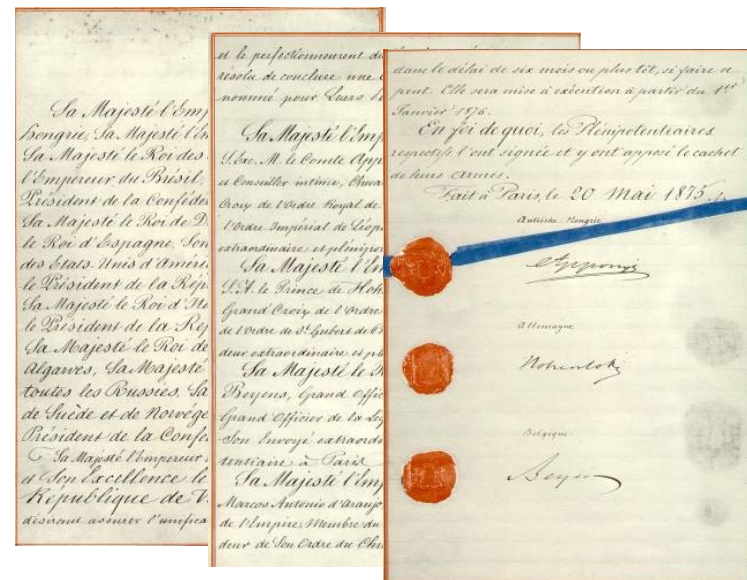
1933 – přijata soustava MKS.

1946 – přijata soustava MKSA.

1954 – soustava MKSA rozšířena o K a cd.

**1960 – 11. CGPM přijala soustavu SI.**

1971 – soubor základních jednotek SI rozšířen o mol.



# Metrologický systém

V říjnu 1999 podepsali ředitelé 30 NMI členských zemí Metrické konvence Ujednání o vzájemném uznávání státních etalonů a certifikátů vydávaných NMI (Mutual Recognition Arrangement, CIPM MRA).

Cíle dohody:

- a) vytvořit v oblasti státních etalonů měření základ pro vzájemnou důvěru a odstraňování technických překážek obchodu
- b) Zajistit vzájemné uznávání kalibračních listů nebo certifikátů měření vydávaných národními metrologickými instituty a přidruženými laboratořemi

Reconnaissance mutuelle  
des étalons nationaux de mesure  
et des certificats d'étalonnage et de mesurage  
émis par les laboratoires nationaux de métrologie  
Paris, le 14 octobre 1999



Mutual recognition  
of national measurement standards  
and of calibration and measurement certificates  
issued by national metrology institutes

Paris, 14 October 1999

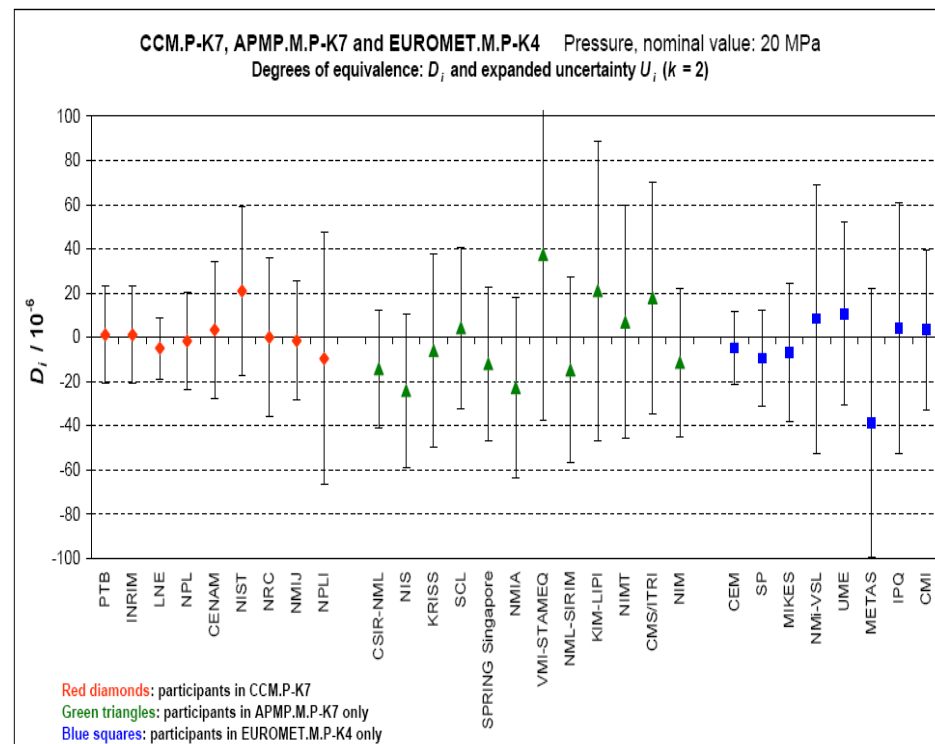
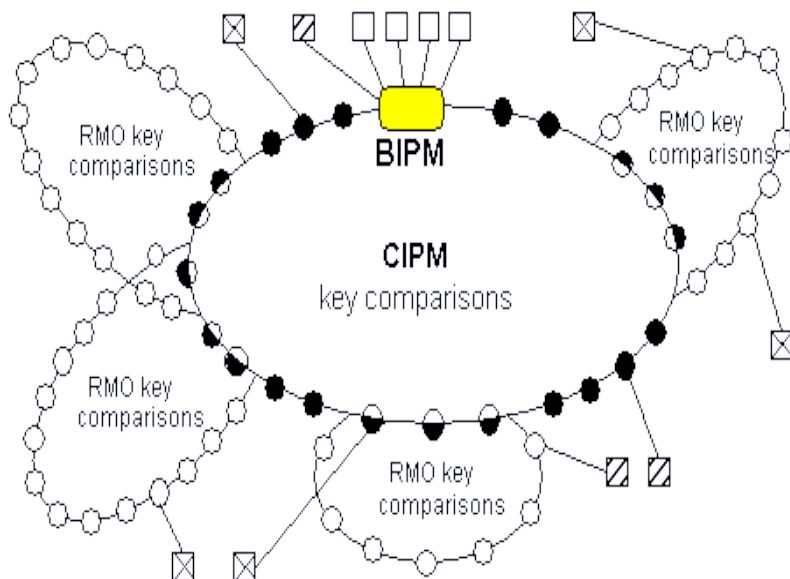
Comité international des poids et mesures

Bureau  
international  
des poids  
et mesures

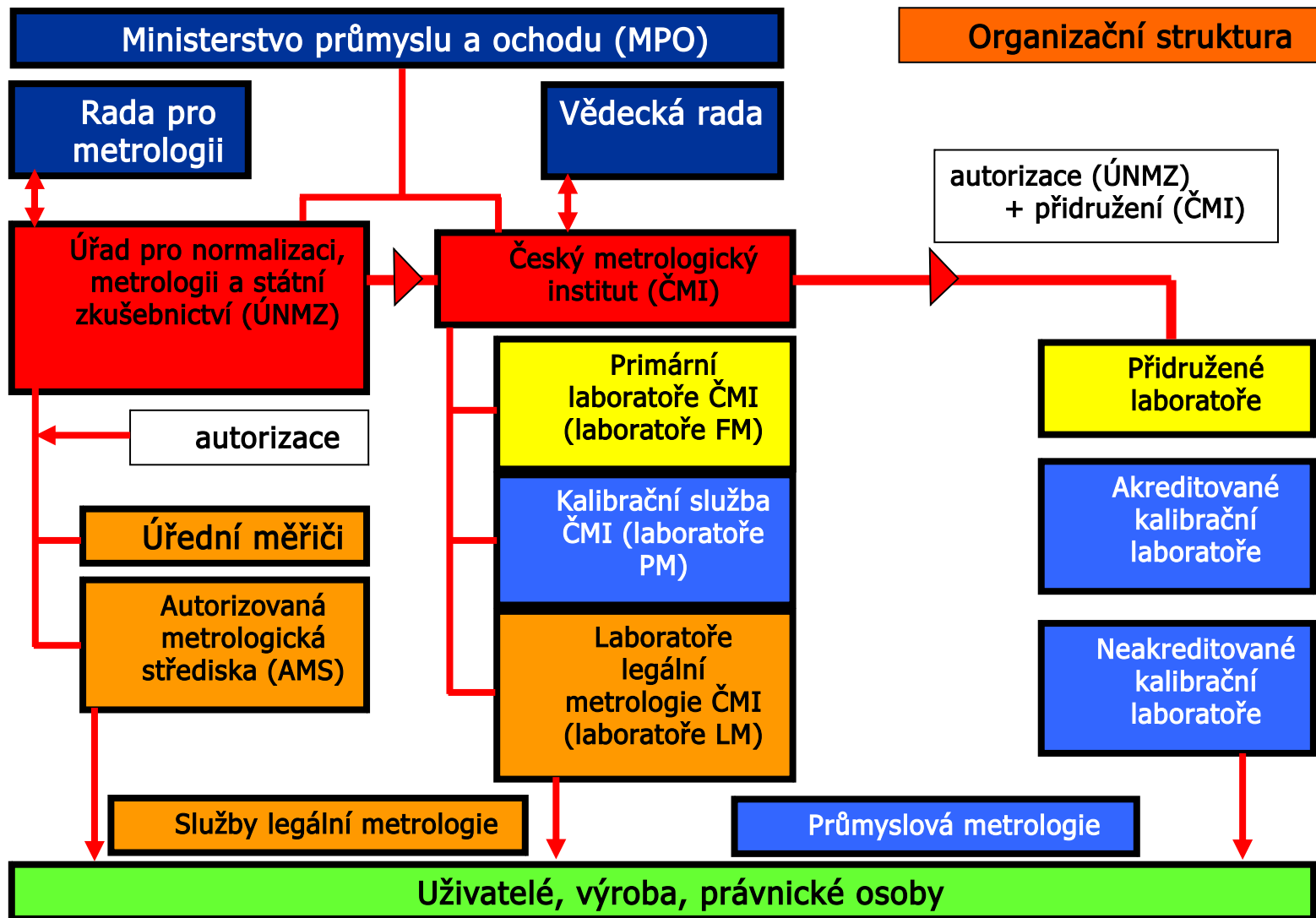
Organisation  
intergouvernementale  
de la Convention  
du Mètre

# Metrologický systém

- soustava mezinárodních porovnání zkoušek (tzv. klíčová porovnání)
- zavedení a prokázání systému jakosti signatáři
- deklarování a uznání nejlepších měřicích schopností CMC signatářů



# Metrologický systém v ČR





# Metrologický systém v ČR



# Český metrologický institut

- více než 300 zaměstnanců
- organizační struktura: sídlo organizace je v Brně, 14 vnitřních organizačních jednotek, z toho 4 v Praze
- zaměření na zákazníky: 82 % obrátu jsou služby
- zbývajících 18 %: uchovávání a rozvoj státních etalonů, výzkum v metrologii
- ověřování v oblastech, kde má ČMI stále monopol, tvoří ca 20 % obrátu



## **Základní pojmy**

Metrologická návaznost:

Taková vlastnost výsledku měření nebo hodnota etalonu, že lze prostřednictvím nepřerušného řetězce porovnání, u nichž je vždy stanovena nejistota (kalibrací), prokázat jeho vztah ke stanoveným referencím, obvykle k primárnímu etalonu příslušné jednotky SI (státním nebo mezinárodním etalonům).

Nejistota:

kvantifikuje stupeň pochybnosti o platnosti výsledku měření nejistota měření tedy vyjadřuje skutečnost, že pro danou měřenou veličinu a daný výsledek jejího měření existuje nejen jedna hodnota, ale nekonečný počet hodnot rozptýlených kolem výsledku, které jsou v souladu se všemi v dané chvíli dostupnými informacemi a pozorováními

**Hlavní směry uplatnění absolventů fyziky:**

Legální metrologie, měření pro průmysl, základní výzkum

## **Kalibrace**

Kalibrace určuje metrologické charakteristiky přístroje, systému nebo referenčního materiálu, většinou přímým porovnáním s etalony nebo certifikovanými referenčními materiály. Vystavuje se kalibrační list a (ve většině případů) se kalibrované měřidlo opatřuje štítkem.

## **Ověření**

Ověření je soubor činností, kterými se potvrzuje, že stanovené měřidlo má metrologické vlastnosti v souladu s požadavkem stanoveným opatřením obecné povahy. Ověřené stanovené měřidlo opatří Český metrologický institut nebo autorizované metrologické středisko úřední značkou nebo vydá ověřovací list, nebo použije obou způsobů.

# Legální a průmyslová metrologie

## Obory měření

Obor měření	Oddělení provozující služby v oboru	Kalibrační a měřicí schopnosti
akustika, ultrazvuk	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
čas a frekvence	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
délka	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
drsnost	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
elektrické veličiny a magnetismus	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
fotometrie a radiometrie	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
hmotnost	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
ionizující záření	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
mechanické zkoušky materiálů	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
metrologie v chemii	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
objem	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
průtok	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
rovinný úhel	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
síla a moment síly	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
teplota a vlhkost	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
tlak	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
tvrdost	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>
vibrace	<a href="#">zobrazit oddělení</a>	<a href="#">zobrazit CMC</a>

# Legální a průmyslová metrologie

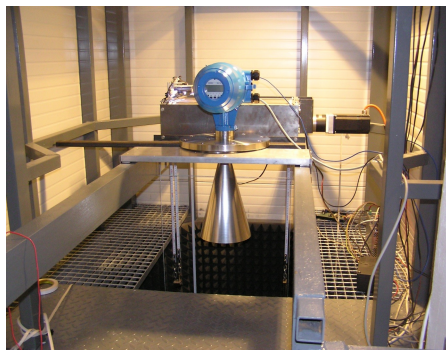
## **Legální metrologie:**

- vodoměry, plynoměry, elektroměry
- čerpací stanice
- taxametry
- analyzátory plynů
- ...

## **Průmyslová metrologie:**

- petrochemický průmysl (průtok, hmotnost, tlak, chemické složení,...)
- automobilový průmysl (délka, tlak, síla, moment,...)
- strojírenství (délka, tlak, hmotnost)
- ...

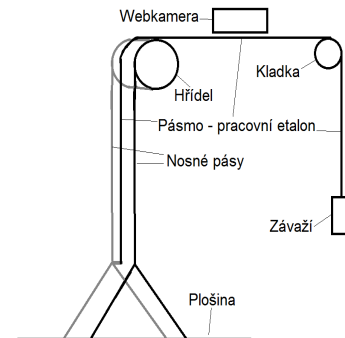
Zajištění návaznosti často zahrnuje budování nových měřicích systémů, což je pro absolventy studia fyziky zajímavá oblast.



## Příklad: zařízení pro kalibraci hladinoměrů

Zkušební věž pro všechny dostupné typy měřidel výšky hladiny (např. radarové, ultrazvukové, plovákové, magnetostrikční).

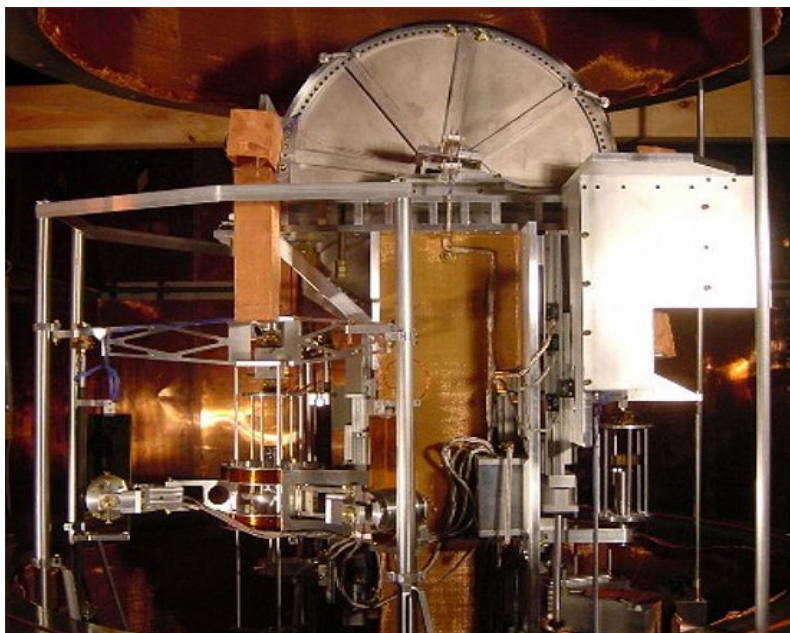
Vyvinuto v ČMI (návrh, návaznost, výroba, kalibrace, nejistoty)



zdroj nejistoty	odhad hodnoty		typ rozdělení	standardní nejistota	citlivostní koeficient		příspěvek nejistoty
kalibrace pásma	0,05	mm	<u>norm. rozšíř</u>	0,0250	1		0,025
porušení Abbého principu	0,10	mm	rovnoměrné	0,058	1		0,058
<u>odchylka od ref. teploty</u>	0,50	°C	rovnoměrné	0,289	0,11	mm/°C	0,032
stabilita teploty	0,50	°C	rovnoměrné	0,289	0,11	mm/°C	0,032
				std. nejistota [mm]			0,077
				U ( k = 2 ) [mm]			0,155
				<b>po zaokrouhlení U=</b>			<b>0,16</b>

# Základní výzkum v oboru metrologie

**Velká výzva: redefinice fyzikálních jednotek:**  
Využití Avogadrovy nebo Planckovy  
konstanty pro novou definici kilogramu.



- Snaha o neustálé zlepšování přístrojů a metodik i pro další měření.

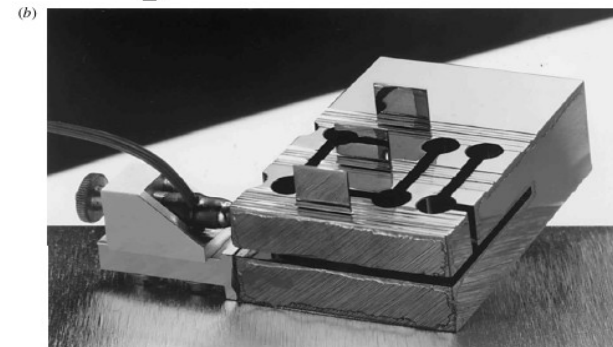
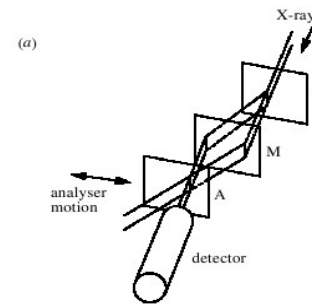
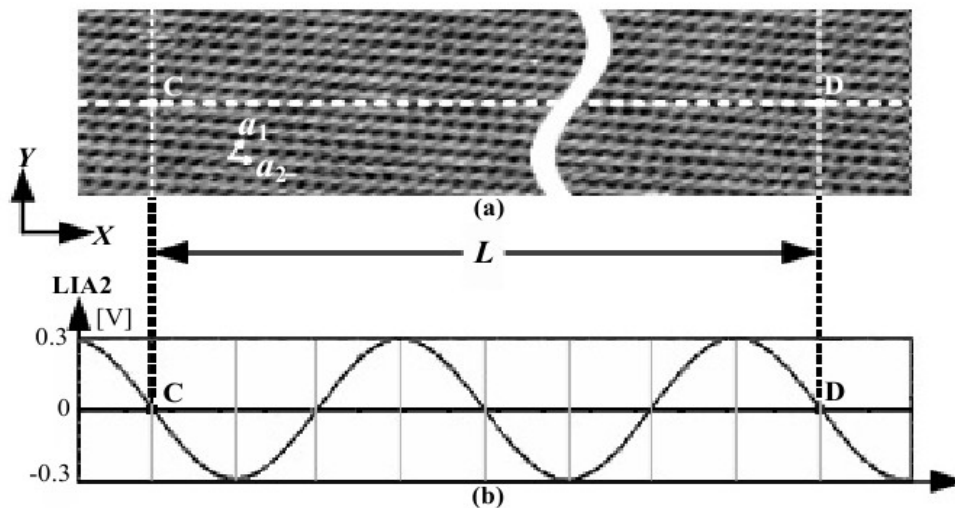
Neustále se měnící potřeby a možnosti nových technologií.



# Nanometrologie

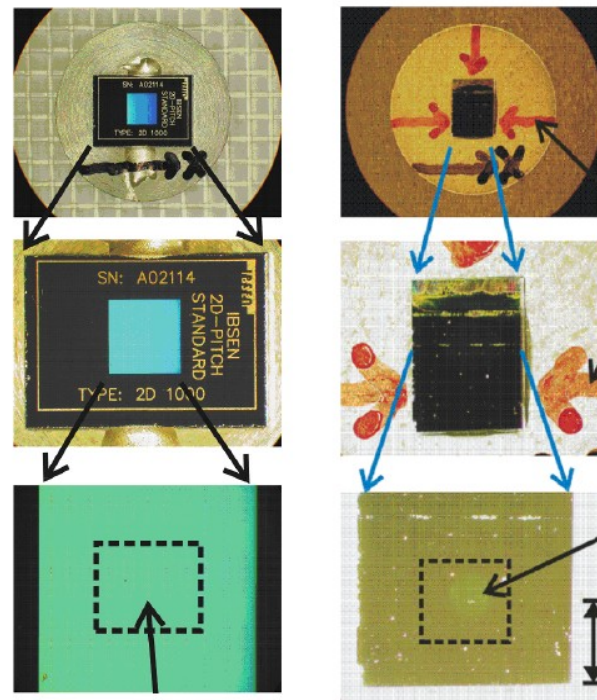
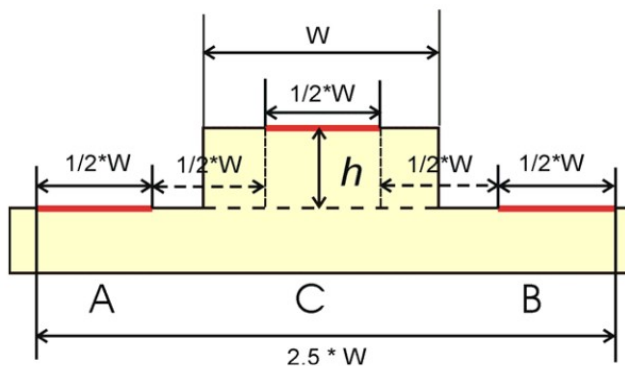
Nanotechnologie: realizace metru je pro účely nanotechnologie příliš hrubá – vlnová délka světla je podstatně větší než typicky měřené objekty.

Problematika studia miko- a nanosystémů, nanočástic, apod., vyžaduje přesné měření na úrovni pikometrů



**Vývoj standardů** pro měření rozměrů povrchových struktur či nanočástic.

**Vývoj metodik** porovnávání různých měřicích metod (SPM, SEM, rozptyl, optická mikroskopie).



# Nanometrologie

---

Pro zajištění „správnosti“ měření je nezbytné:

- změřit data se známou nejistotou

# Nanometrologie

---

Pro zajištění „správnosti“ měření je nezbytné:

- změřit data se známou nejistotou
- zpracovat data transparentním způsobem

# Nanometrologie

---

Pro zajištění „správnosti“ měření je nezbytné:

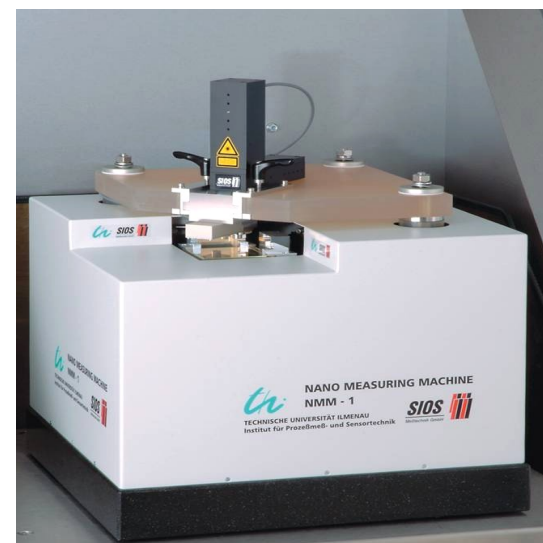
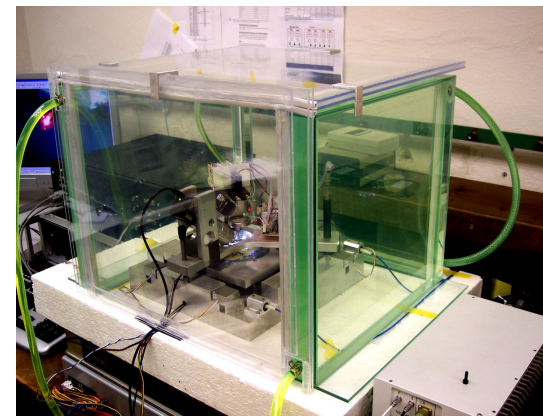
- změřit data se známou nejistotou
- zpracovat data transparentním způsobem
- pochopit co jsme naměřili

# Měření v nanometrologii

Naprostá většina měření se zatím odehrává na planárních strukturách s využitím různých mikroskopických metod.

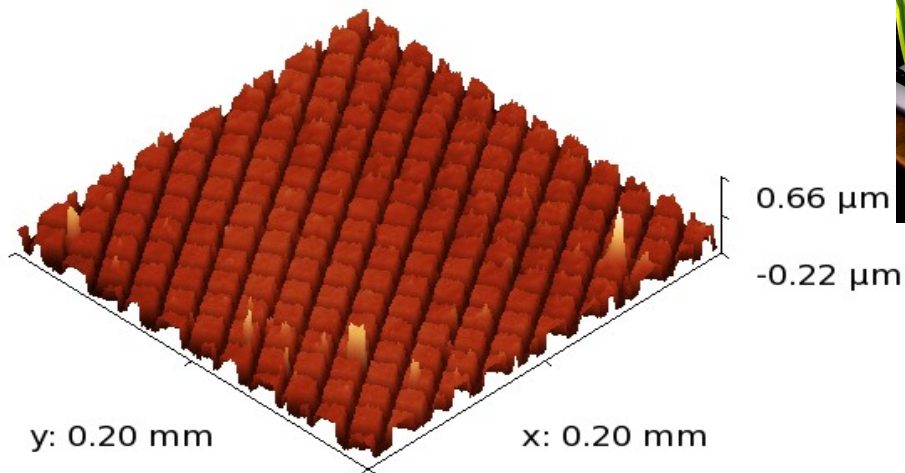
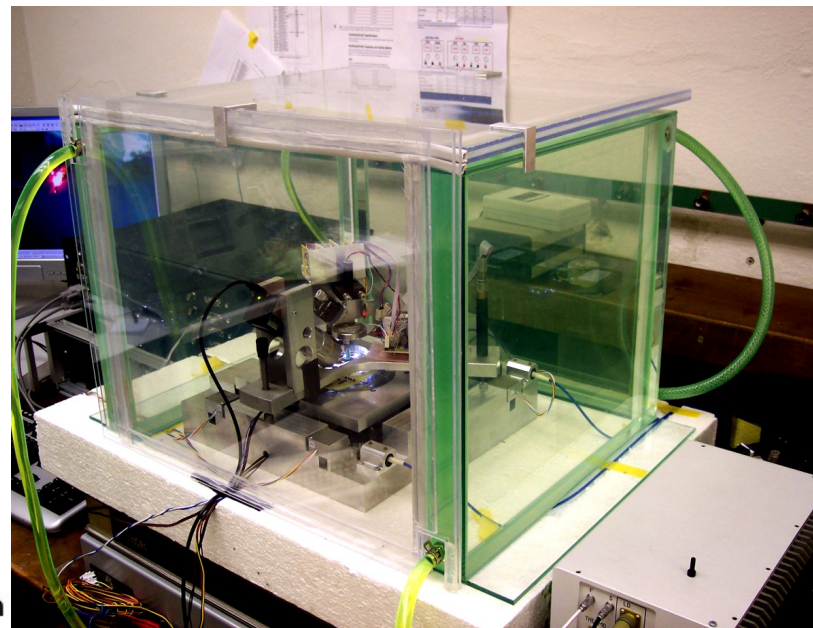
Upřednostňovaná metoda je rastrovací sondová mikroskopie, u které je snadné zajistit návaznost pro všechny tři osy.

Většina specializovaných metrologických zařízení se staví, v ojedinělých případech je možné využít speciální komerční zařízení.



## Metrologické SPM

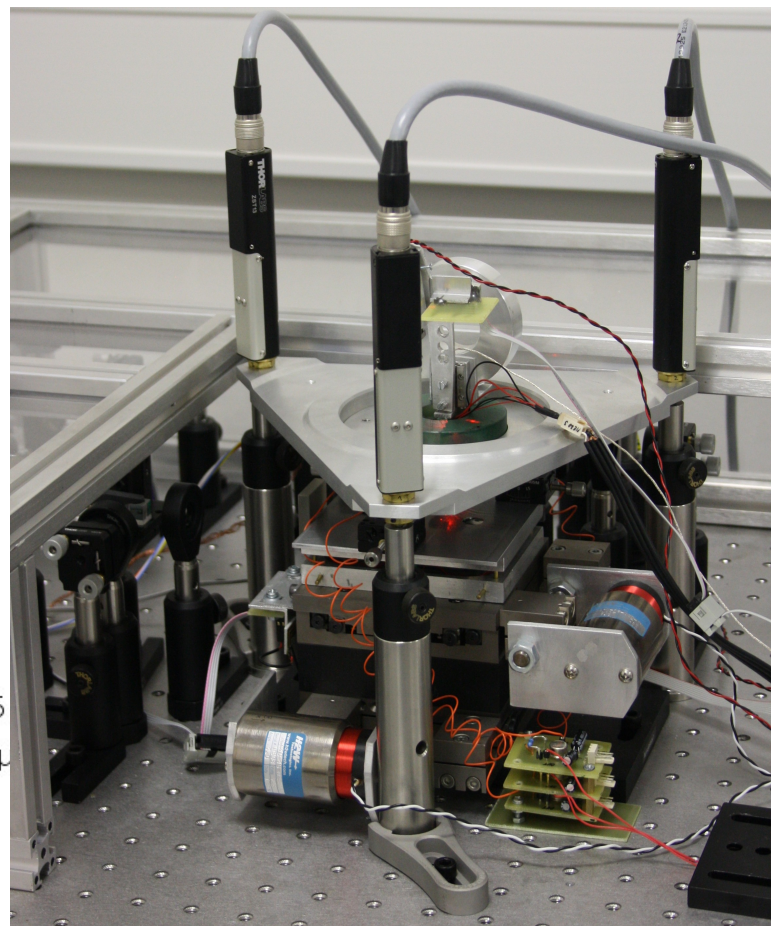
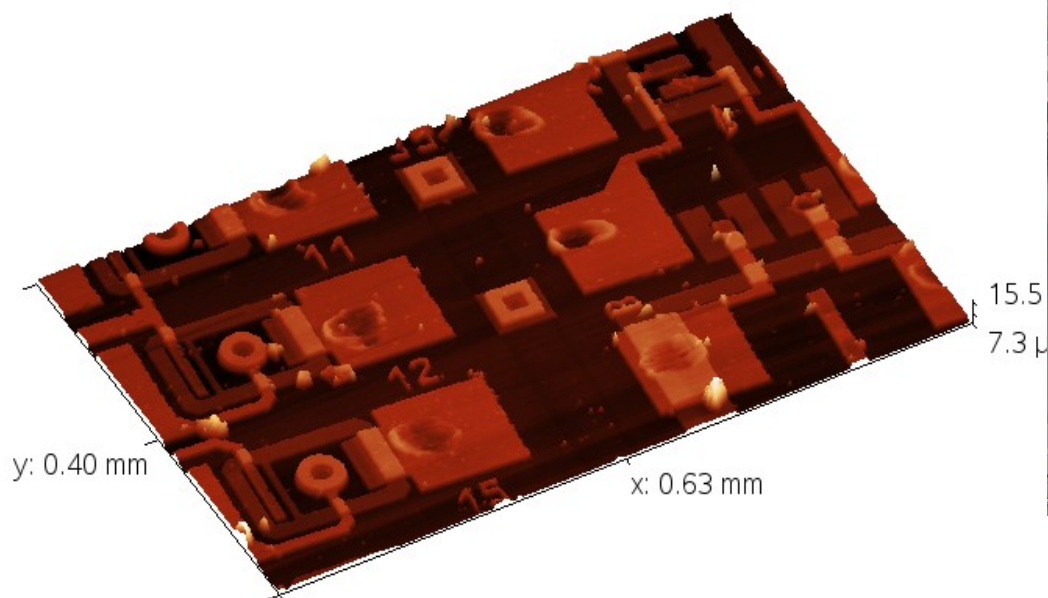
Rozsah 200x200x20 um, šestiosý  
interferometr se stabilizovaným  
Nd:YAG laserem



# Měření v nanometrologii

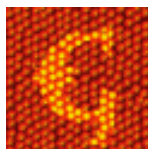
## SPM s velkým rozsahem

Rozsah 3000x3000x35 um,  
referenční rovina na bázi senzorů  
tunelovacího proudu.





# Zpracování dat

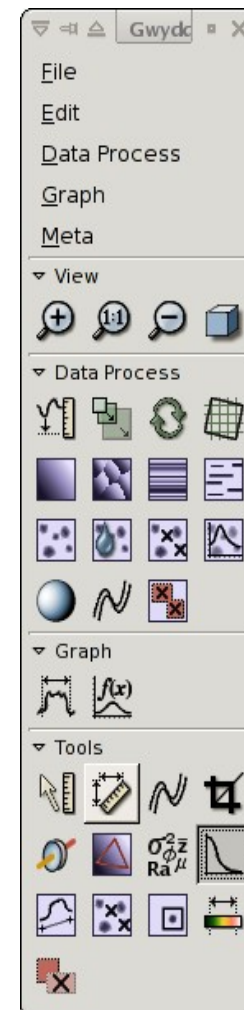


## Gwyddion

Gwyddion je volně šiřitelný software pro analýzu SPM dat. Jedná se o multiplatformní modulární software vytvořený pod licencí GNU GPL. <http://gwyddion.net>

Hlavním cílem je vytvořit SW pro analýzu SPM dat, vyznačující se dobře dokumentovanými algoritmy, snadným použitím a podporou pro zpracování dat v metrologii.

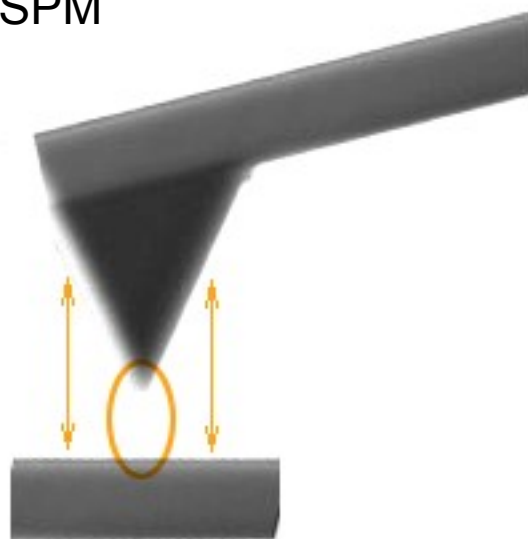
- 



# Pochopení výsledků

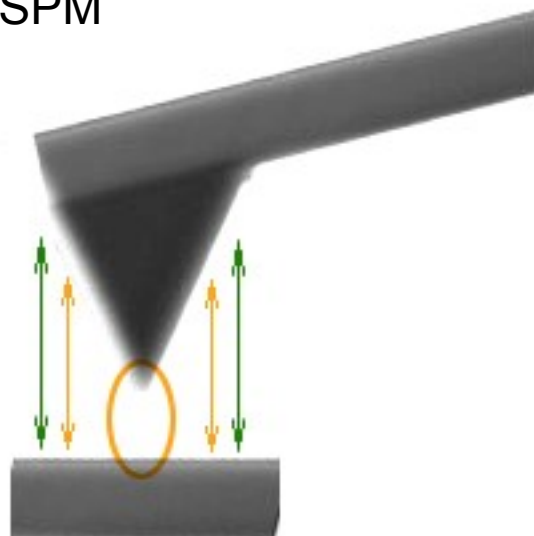
Problematika interakce mezi hrotem a povrchem v SPM

- silová interakce (AFM)



# Pochopení výsledků

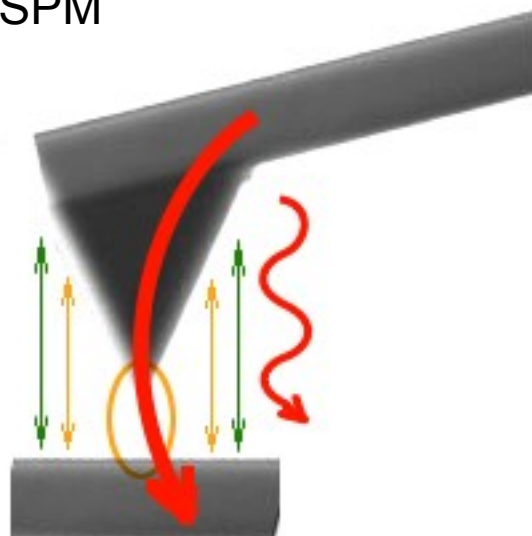
Problematika interakce mezi hrotem a povrchem v SPM



- silová interakce (AFM)
- rozložení elektrického pole (AFM, EFM, KPFM, SCM)

# Pochopení výsledků

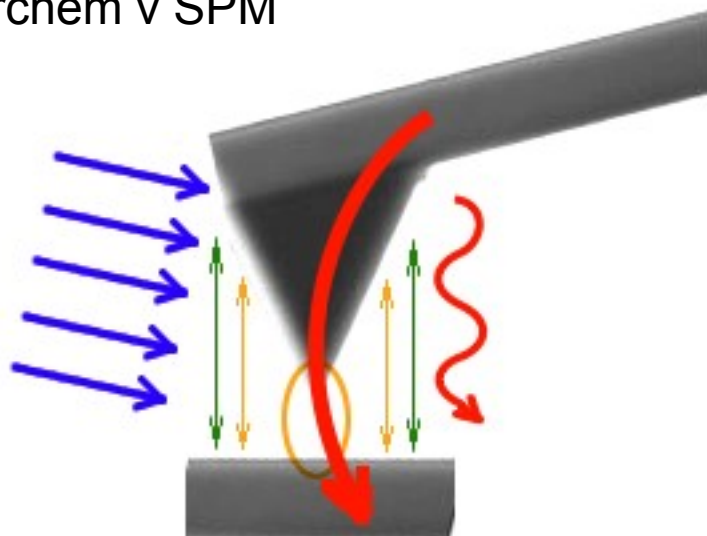
Problematika interakce mezi hrotem a povrchem v SPM



- silová interakce (AFM)
- rozložení elektrického pole (AFM, EFM, KPFM, SCM)
- rozložení teploty a přenos tepla (AFM, SThM)

# Pochopení výsledků

Problematika interakce mezi hrotem a povrchem v SPM



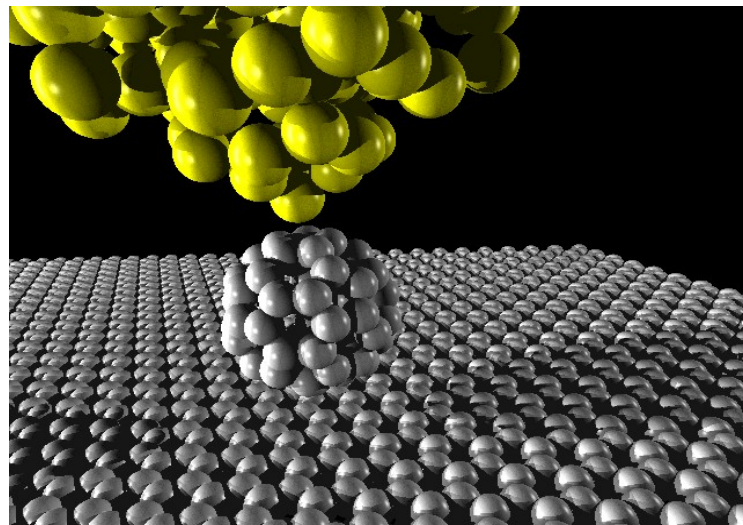
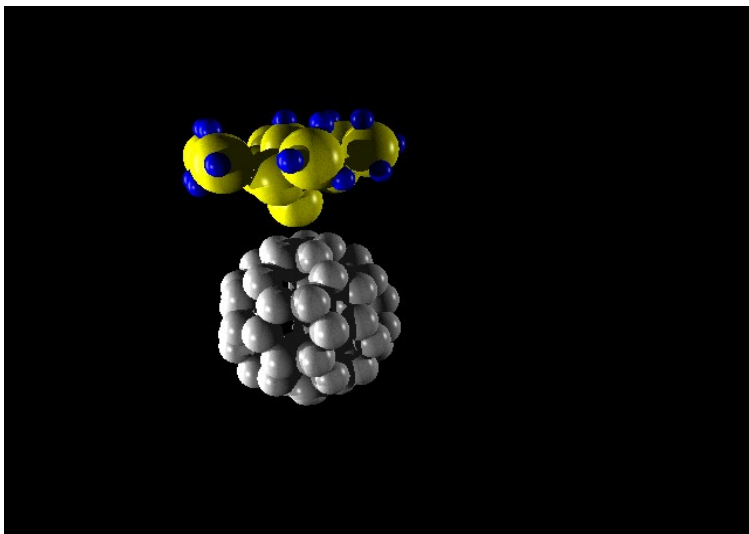
- silová interakce (AFM)
- rozložení elektrického pole (AFM, EFM, KPFM, SCM)
- rozložení teploty a přenos tepla (AFM, SThM)
- rozložení elektromagnetického pole a přenos tepla zářením (SNOM, SThM)

# Numerické modelování

Typické laterální rozměry studované v nanometrologii – 1-50 nm

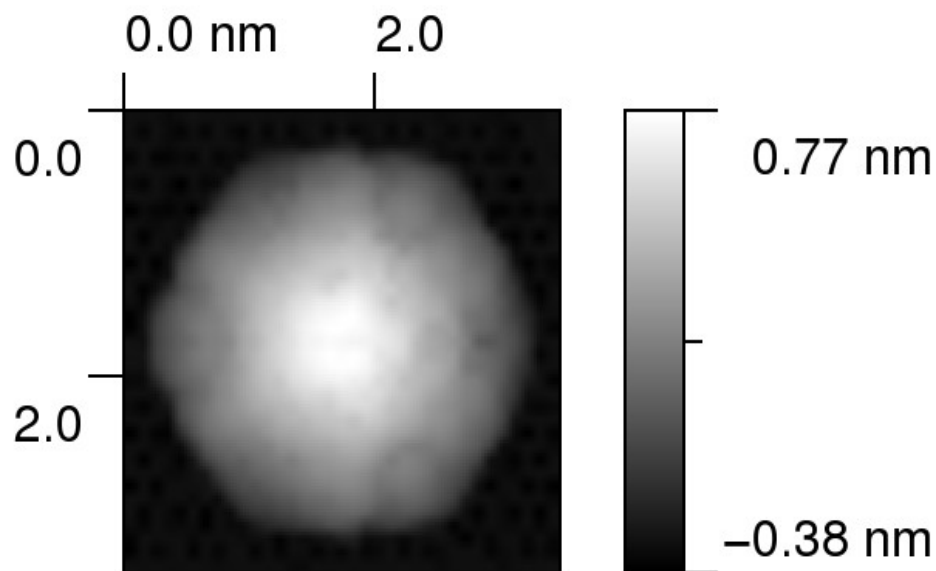
Využití programu Fireball (ve spolupráci s FZÚ AVČR)

Vlastní kód pro klasickou molekulární dynamiku, založený na využití grafických karet.



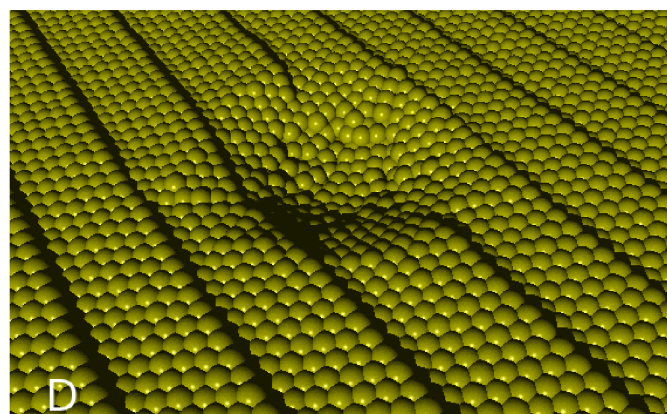
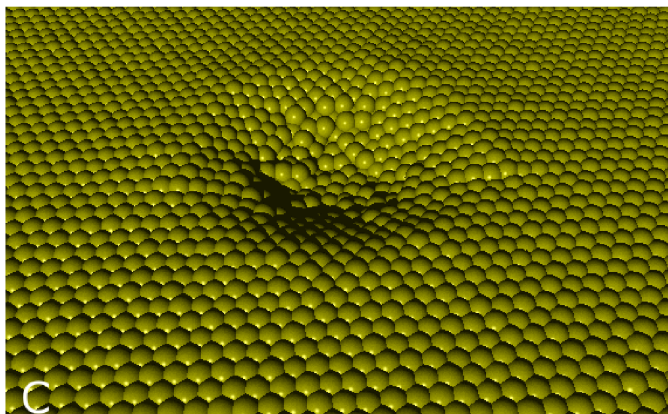
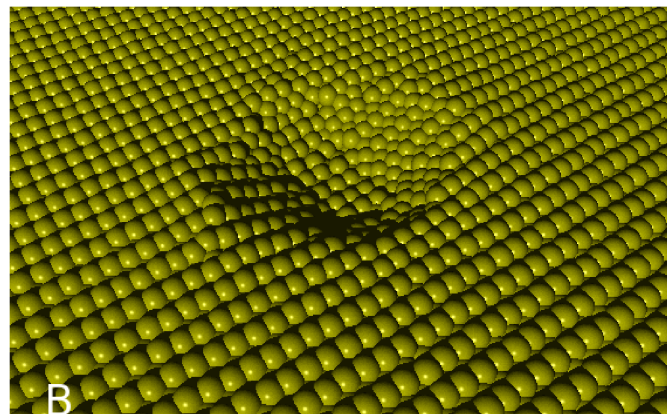
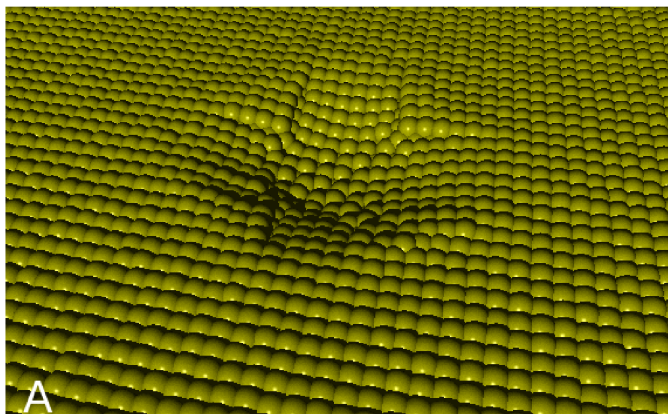
# Výpočty silového působení

Simulace AFM snímku s využitím klasické molekulární dynamiky



Simulovaný AFM snímek  
získaný pomocí klasické  
molekulární dynamiky  
Pro různé síly a tvary hrotu  
můžeme získat výsledné  
rozměry i s nejistotou:  
H:  $0.97 \pm 0.08$  nm  
W:  $1.92 \pm 0.12$  nm

# Výpočty silového působení



A - (100), B - (101), C - (111), D - (334)

Simulace interakce hrotu s fcc kovem v oblasti odpudivých sil



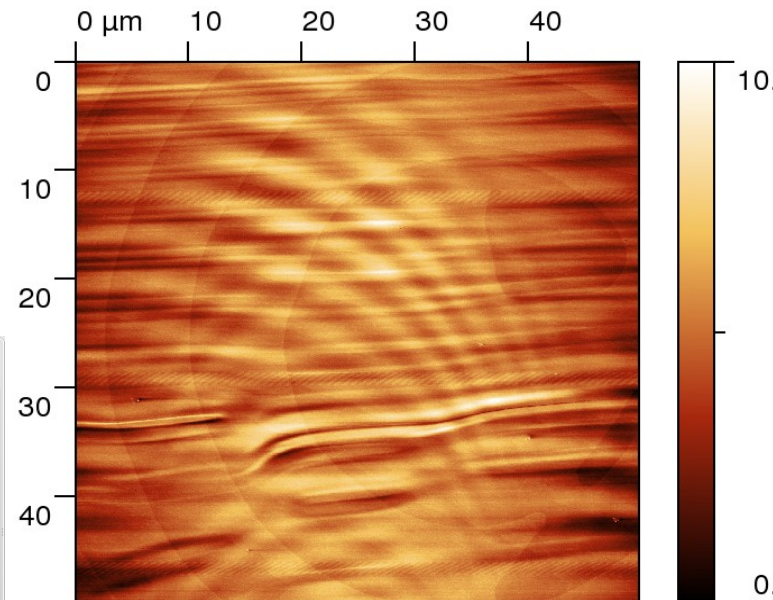
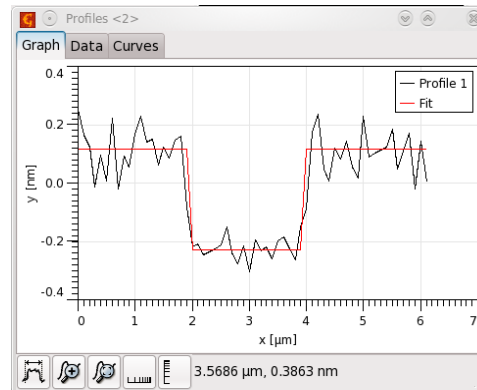
# Výpočty silového působení

Snaha získat artefakt o velikosti v řádu jednotek nanometrů, který by byl

- stabilní
- měřitelný na vzduchu za běžných podmínek
- spočitatelný

Možné realizace:

- schodky na Si, HOPG
- kvantové tečky
- fulereny



# Rozložení elektrického pole a teploty

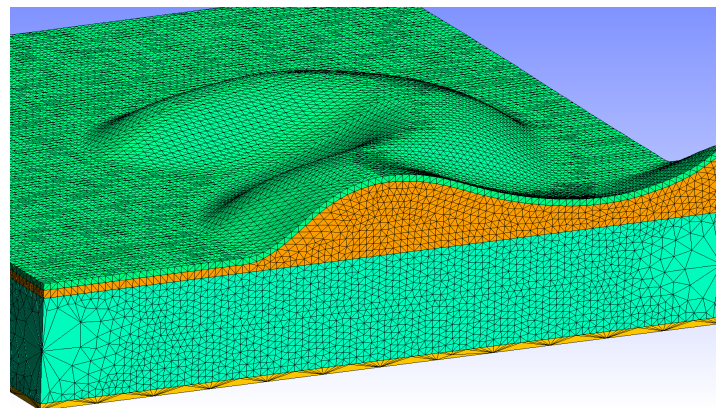
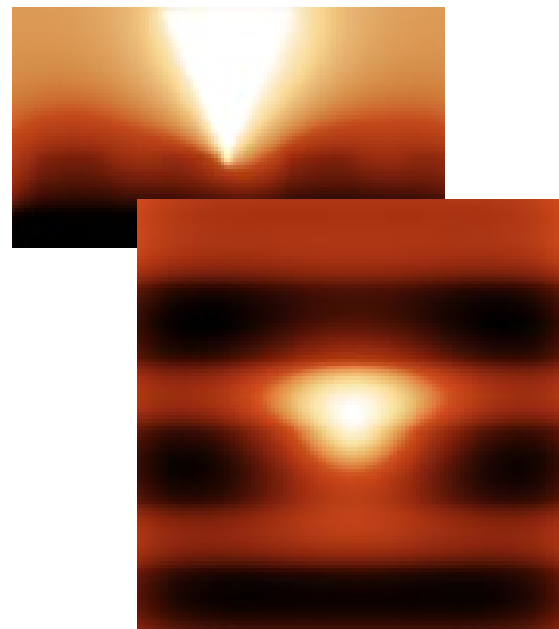
Řešení zobecněné Poissonovy rovnice

Metoda konečných prvků v pravidelné mříži s využitím grafických karet (zrychlení výpočtu cca 50x). V nepravidelné mříži s využitím programu Sfepy.

Kelvinova mikroskopie, rastrovací elektrická mikroskopie, rastrovací termální mikroskopie.

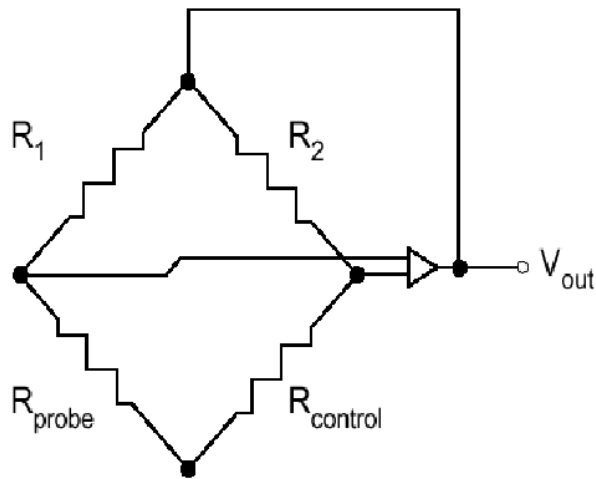
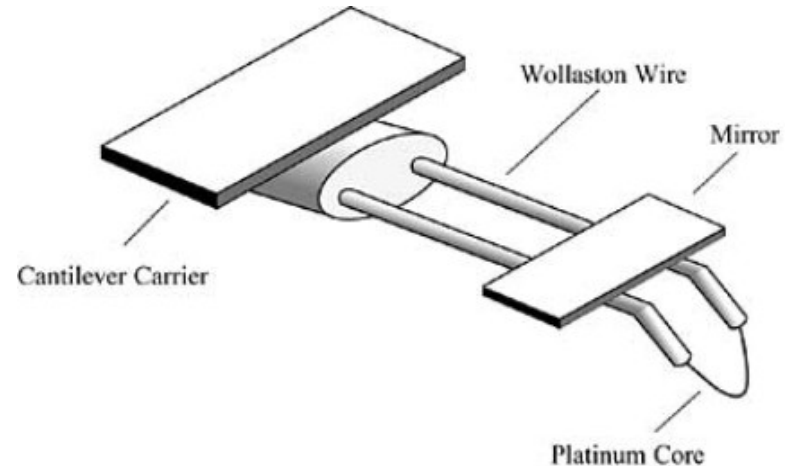
Často je množství nedostupné informace příliš velké, nebo výpočet zdlouhavý.

Možným řešením je hledání semi-analytických modelů, nebo rezignace na fyzikální model a využití neuronové sítě.



# Rastrovací termální mikroskopie

Scanning thermal microscopy:  
 měření lokální teploty, nebo tepelné  
 vodivosti speciálně upravenou sondou  
 AFM.



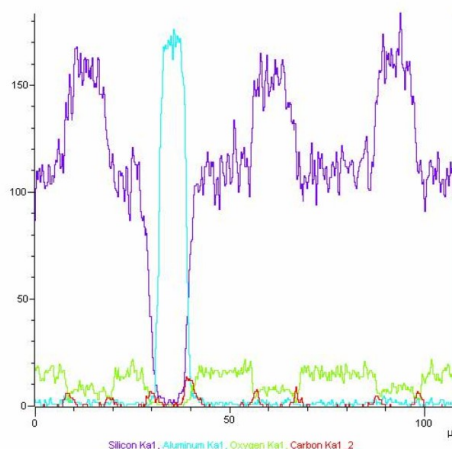
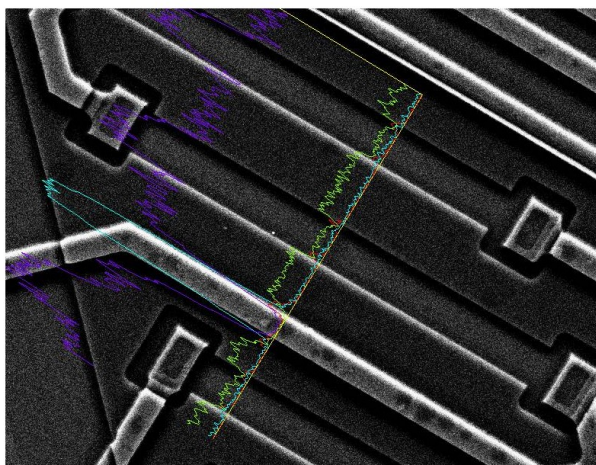
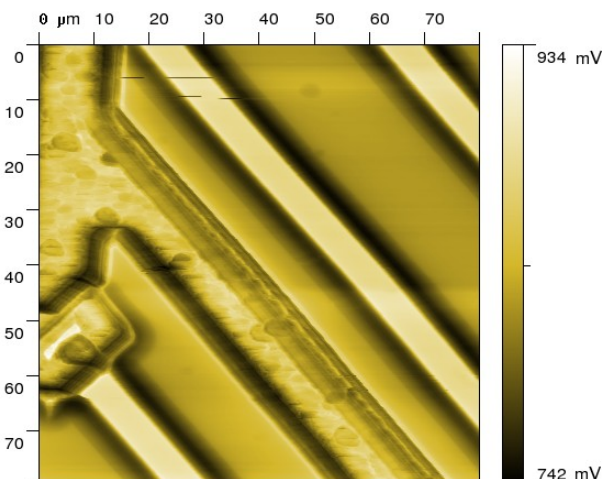
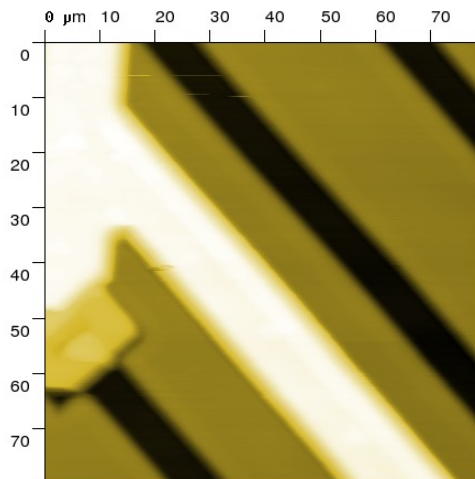
Platinový drátek je použit jako odporový  
 snímač teploty a současně jako lokální  
 zdroj tepla.

Proud drátkem je udržován na takové  
 hodnotě, aby byla teplota sondy konstantní.

# Rastrovací termální mikroskopie

Povrch  
mikroelektronického  
prvku – AFM, SThM

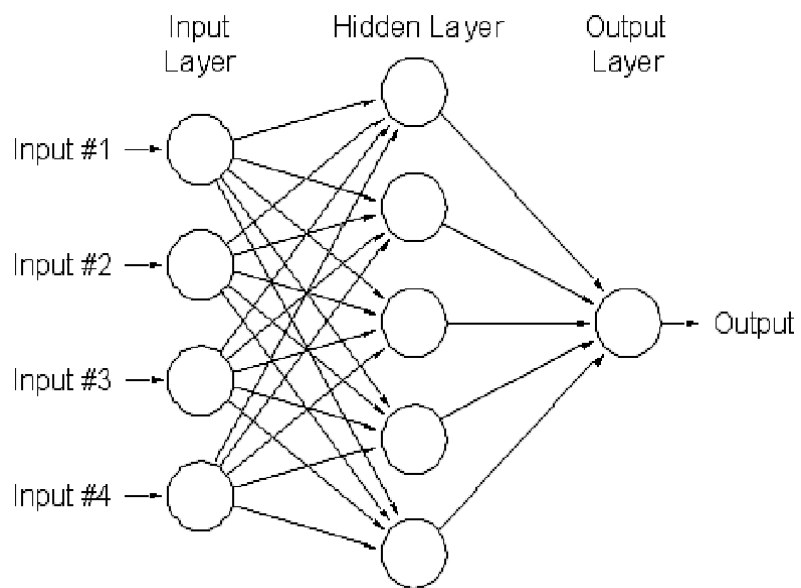
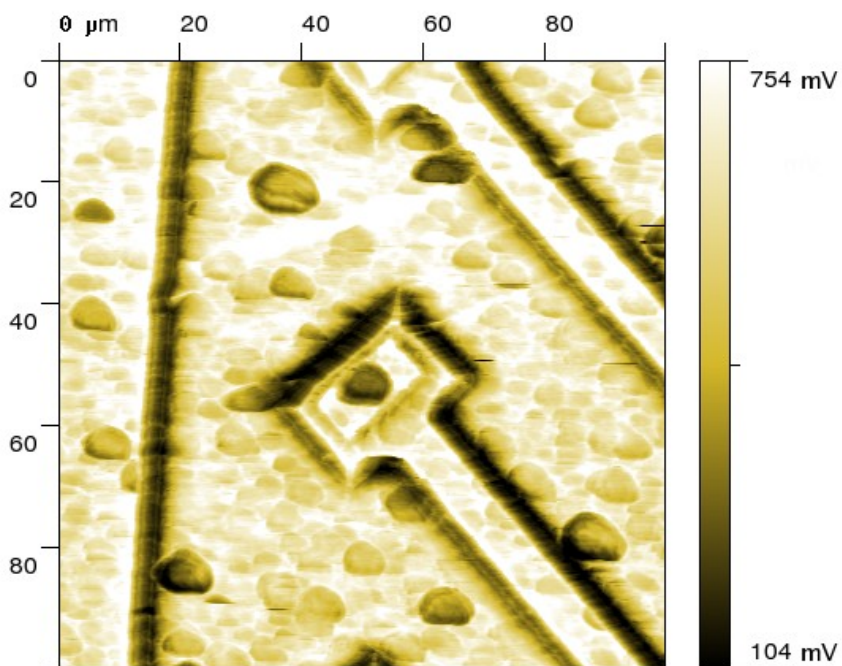
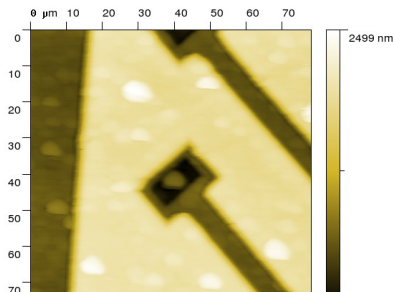
Systém Si/SiO<sub>2</sub>/Al



Výsledky  
materiálové analýzy  
SEM

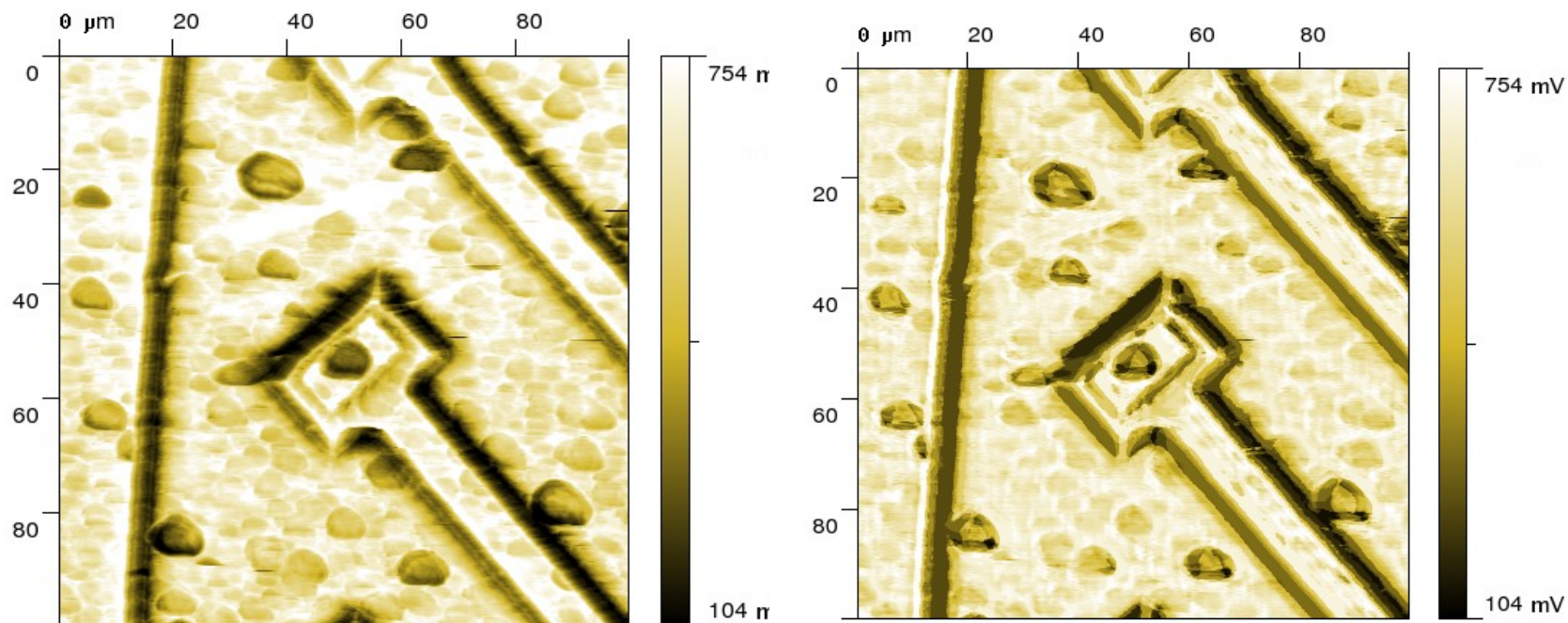
# Rastrovací termální mikroskopie

Modelování termálního signálu pomocí neuronové sítě, s využitím lokálního okolí.



# Rastrovací termální mikroskopie

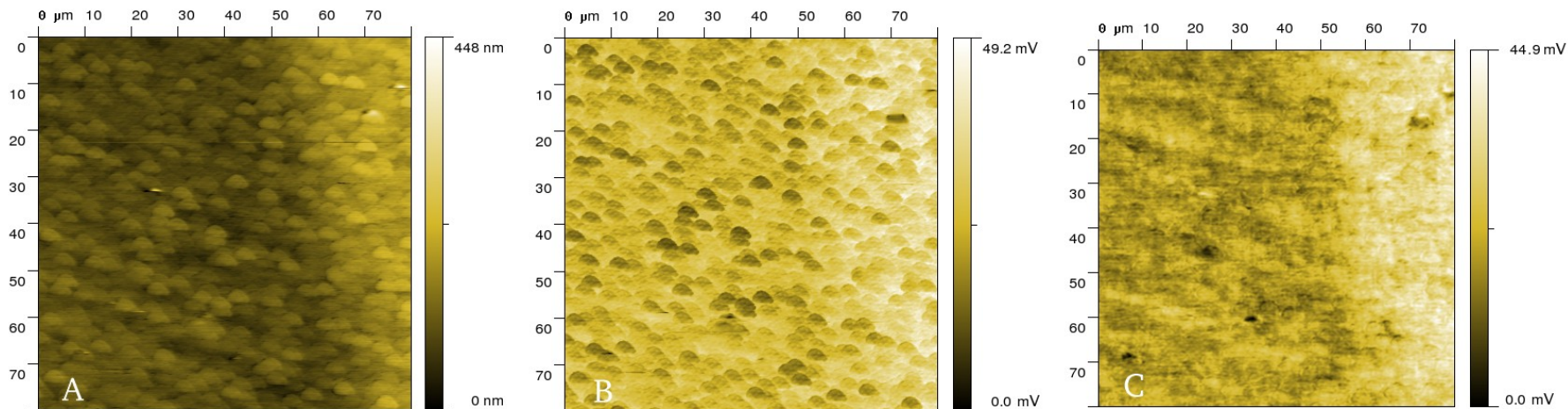
Vzor (horní část obrázku) a výsledek NN.



# Rastrovací termální mikroskopie

Aplikace: mikrokontakt na solárním článku

Topografie, termální signál, korigovaný termální signál.



# Šíření elektromagnetického pole

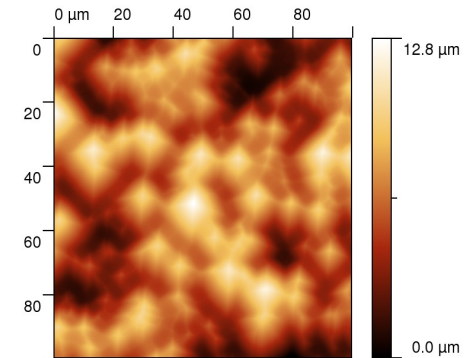
---

- Interakce elektromagnetického záření s SPM hrotem:
- výměna tepla mezi hrotem a povrchem zářením
- svazek světla jako zdroj síly pro deformaci cantileveru
- využití hrotu AFM pro měření v blízkém poli (TERS)
- rastrovací optická mikroskopie v blízkém poli (SNOM)



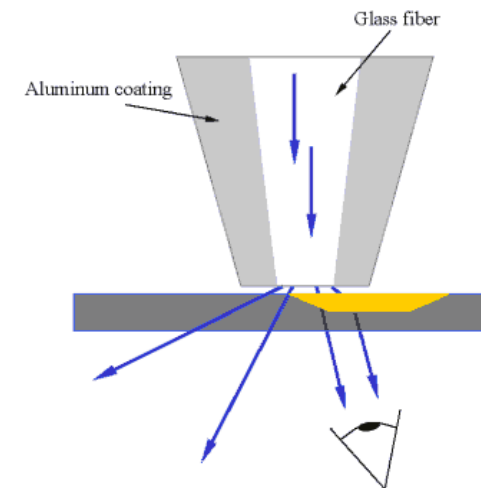
## Rozptyl na površích a rozhraních:

- povrchy tvořené strukturami s velikostí srovnatelnou s vlnovou délkou
- např. struktury používané pro zachycení světla v solárních článcích



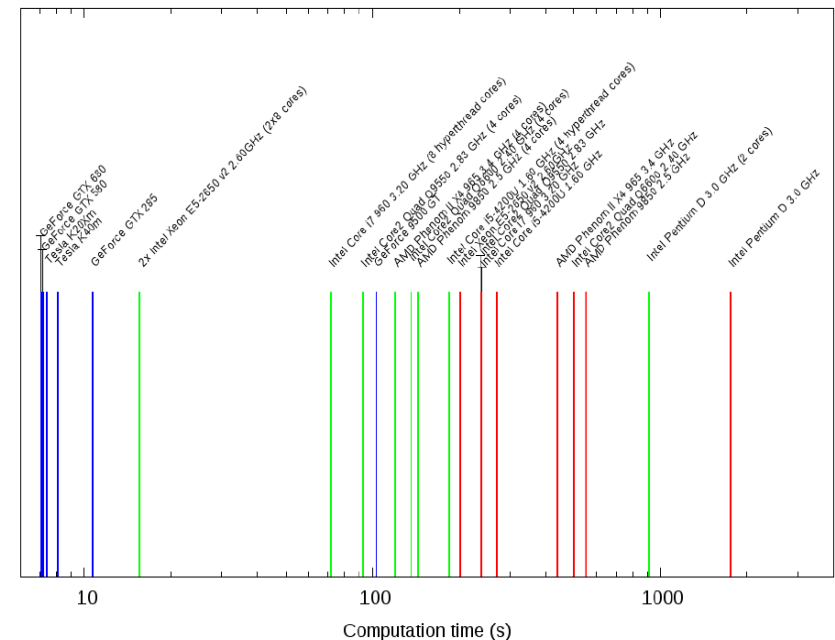
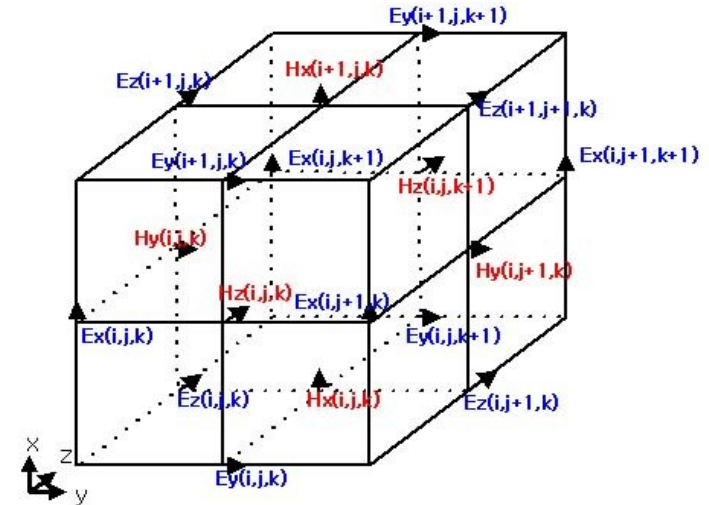
## Rastrovací optická mikroskopie v blízkém poli:

- možnost překonání difrakčního limitu konvenční mikroskopie
- velké množství potencionálních artefaktů, zejména souvisejících s geometrií a polohou hrotu



FDTD – Finite Difference in Time Domain:

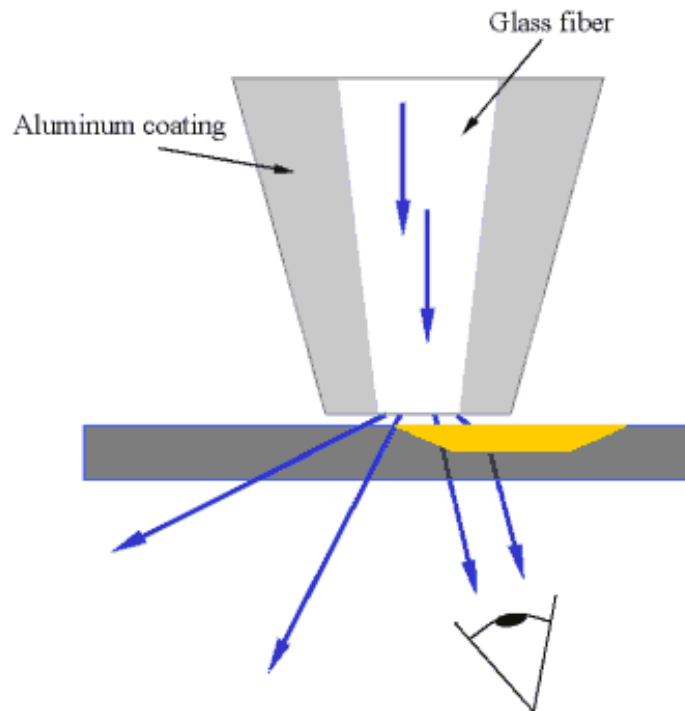
- jednoduché numerické řešení Maxwellových rovnic
- možno aplikovat pro víceméně jakýkoliv materiál, nebo geometrii
- výpočetně a paměťově velmi náročné
- většinou limitováno malým výpočetním objemem (jak vinou časového tak paměťového škálování)
- <http://gsvit.net>



# Aperturní NSOM

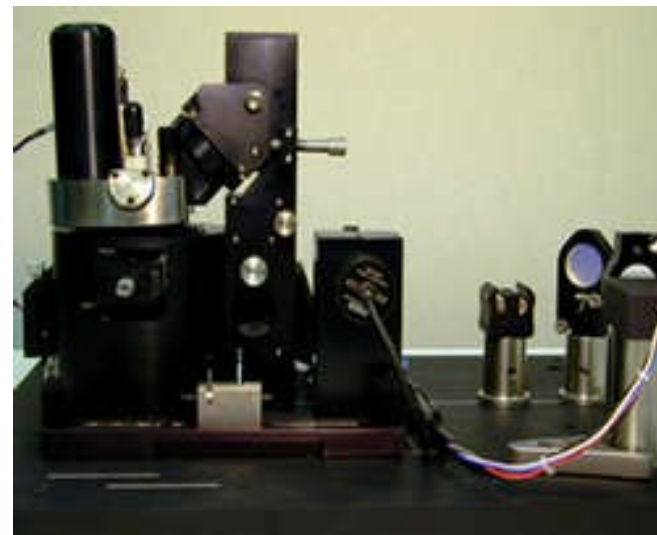
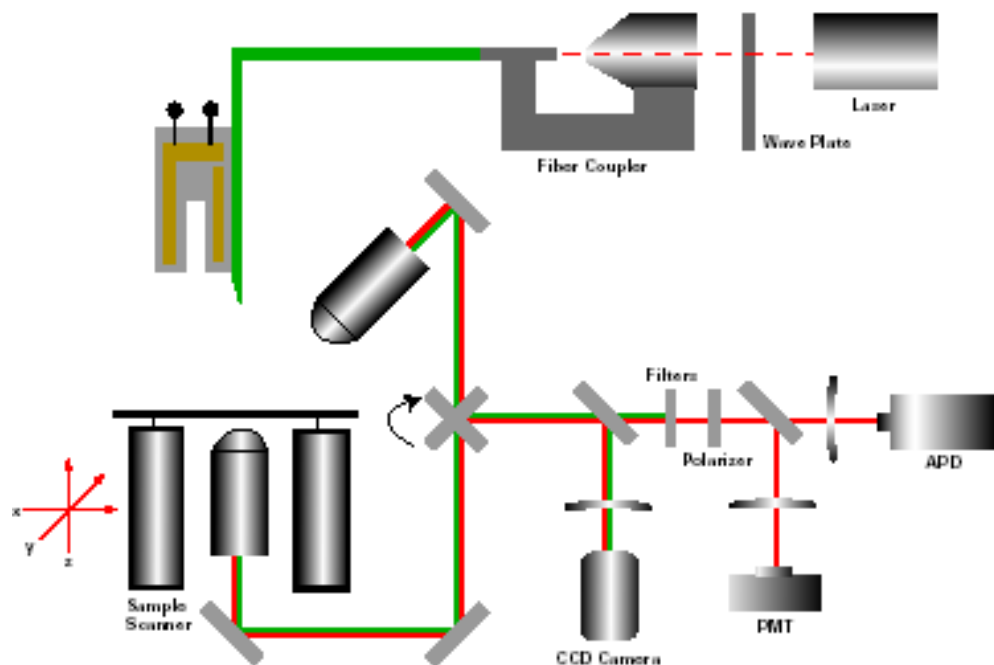
NSOM: překonání difrakčního limitu  
využitím hrotu SPM jako rozptylového  
centra.

Ve velmi malé vzdálenosti od povrchu  
(5-10 nm) se pohybuje optické vlákno.  
Jeho apertura je podstatně menší než  
vlnová délka světla, které jím  
prochází. Ve vzdáleném poli (pomocí  
běžného objektivu mikroskopu)  
sledujeme intenzitu světla.



# NSOM Aurora 2

Komerční systém Aurora 2  
firmy Thermomicroscopes.

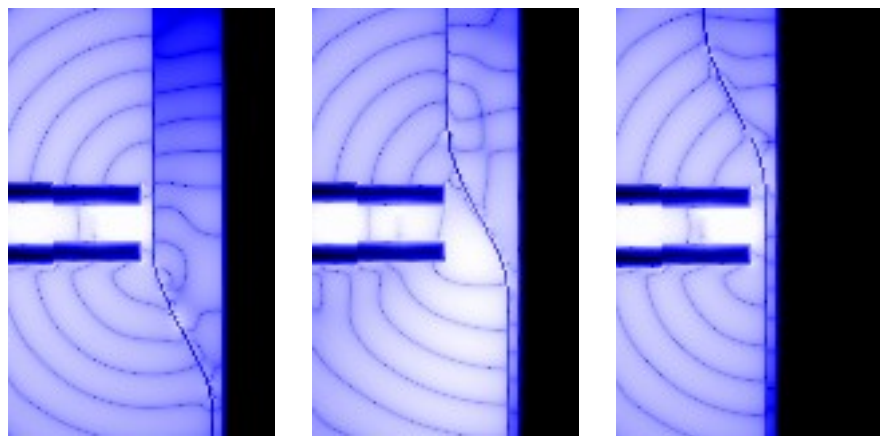
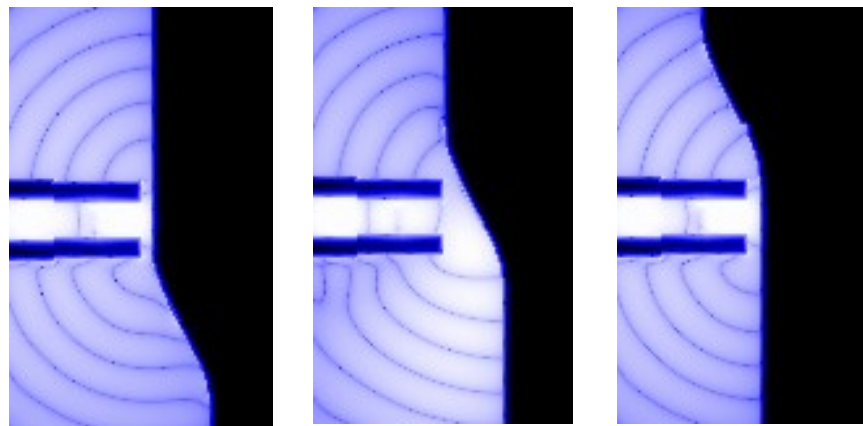


System je optimalizován pro  
mód ve kterém se vzorek  
osvětluje prostřednictvím  
hrotu (illumination mode).

# Modelování pole v NSOM

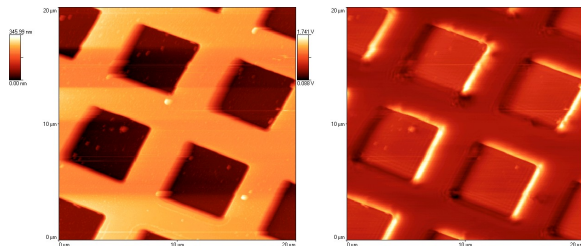
Jeden výpočet pro každou  
polohu sondy nad  
povrchem:

Pokovená mřížka

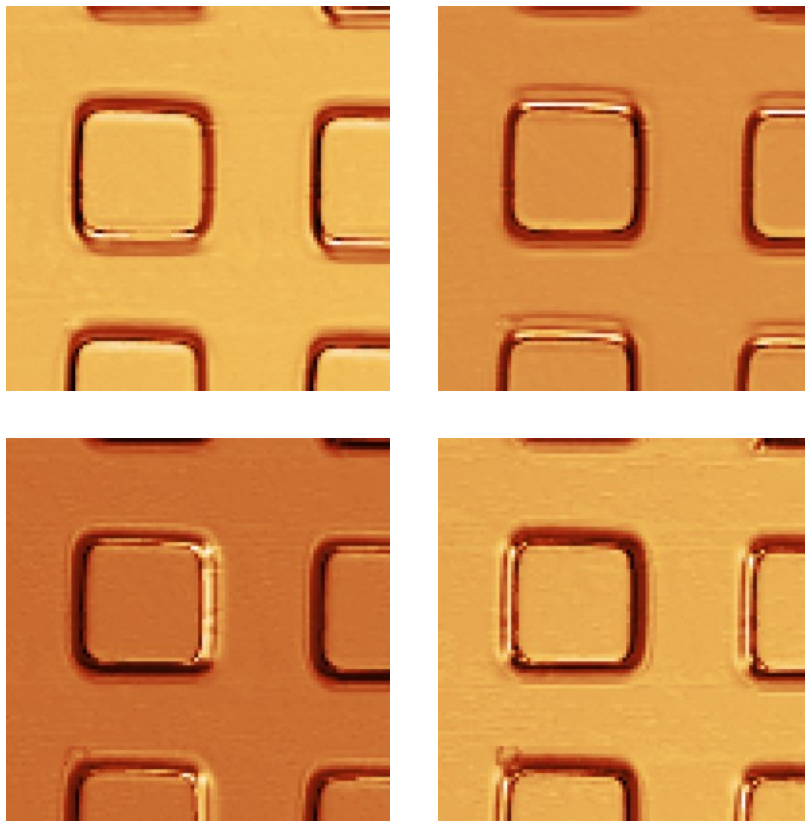


Nepokovená mřížka

# Aplikace: mřížka



Simulované NSOM  
snímky pro reflexní  
režim, čtyři různé  
polohy fotonásobiče



# Shrnutí

- Metrologie je obor ve kterém se využívá fyzika v mnoha směrech: vývoj nových měřicích zařízení, vývoj metodik měření, zajištění metrologické návaznosti, stanovení nejistot, apod.
- Český metrologický institut se zabývá všemi oblastmi metrologie – legální, průmyslovou i fundamentální (základním výzkumem) a to hned na několika pracovištích v ČR.
- Jeden z nových oborů metrologie – nanometrologie - se snaží o měření všech dostupných fyzikálních veličin s vysokým rozlišením. Nejčastější experimentální technikou je rastrovací sondová mikroskopie (AFM, MFM, SThM, STM, SNOM, atd.)

# Shrnutí

---

Příklad nejčastějších požadavků na absolventy (různá oddělení):

- samostatnost
- znalost elektroniky, návrh a řízení experimentů, programování
- schopnost zapojit se do evropské spolupráce s dalšími instituty
- ochota věnovat se problematice certifikace a schvalování

V současné době na ČMI nastupuje ročně několik absolventů fyziky a příbuzných oborů, nejčastěji do oblasti základního výzkumu a do oblasti legální metrologie.