

PRIMERA COMPARACIÓN CLAVE DEL COMITÉ INTERNACIONAL DE PESAS Y MEDIDAS CONCLUIDA: BLOQUES PATRÓN MEDIDOS POR INTERFEROMETRÍA ABSOLUTA, CCL-K1.

Colín C., Viliesid M. y Zárraga J.C.
 Centro Nacional de Metrología (CENAM)
 Carretera a los Cues km 4,5, Municipio del Marqués, Querétaro, México.
 (4) 211-0500, (4) 211-0577. ccolin@cenam.mx; mviliesi@cenam.mx; jzarraga@cenam.mx;

Resumen: Con el fin de alcanzar el Acuerdo de Reconocimiento Mutuo (MRA¹) entre los laboratorios nacionales (NMI²) de los diversos países, cada comité consultivo del Comité Internacional de Pesas y Medidas (CIPM) ha definido las comparaciones clave que son necesarias para demostrar la competencia técnica de los NMI. La primera realizada por el Comité Consultivo de Longitud (CCL) fue la de medición de bloques patrón por interferometría la cual concluyó recientemente y están por publicarse los resultados en la revista *Metrologia*.

INTRODUCCION

Debido a la necesidad de reconocer mutuamente la equivalencia metrológica en la realización y diseminación de la unidad de longitud, se han definido una serie de comparaciones clave con objeto de demostrar la competencia técnica de los NMIs.

En la reunión de septiembre de 1997 del CCL se identificaron las siete comparaciones clave de mayor importancia en el campo de la metrología dimensional a efectuarse en el futuro próximo

La primera comparación llevada a cabo fue la de medición de bloques patrón (bp) por interferometría, CCL-K1, y se designó al laboratorio nacional de Suiza (OFMET) como laboratorio piloto para coordinar el desarrollo de la comparación, así como para el análisis y discusión de los resultados.

Los resultados de esta comparación ya aparecen en el Apéndice "B" del MRA la cual se puede consultar en la página WEB del BIPM como prueba de la capacidad técnica de los laboratorios participantes.

SELECCIÓN DE PARTICIPANTES.

La selección de los participantes se realizó en el seno del CCL de acuerdo a las reglas del documento "Guidelines for CIPM key comparisons". Se incluyeron cuatro regiones metrológicas EUROMET, NORAMET (SIM), COOMET, APMP, con un total de 11 participantes.

NMI	Nombre del NMI	País
NPL	National Physical Laboratories	Reino Unido
LNE	Laboratoire Nationale d'Essais.	Francia
NRC	National Research Council.	Canadá
NIST	National Institute of Standards	USA

	and Technology.	
CENAM	Centro Nacional de Metrología.	México
VNIIM	VNIIM	Rusia
CSIRO	CSIRO/NML	Australia
NRLM	National Research Laboratory of Metrology.	Japón
KRISS	Korea Research Institute of Standards and Science	Corea
NIM	National Institute of Metrology.	China
OFMET (Piloto)	Swiss Federal Office of Metrology	Suiza

Tabla 1. Laboratorios participantes.

El esquema de circulación de los patrones fue por circuitos de acuerdo a las regiones metrológicas antes mencionadas. Al término de cada circuito, los bp regresaron al laboratorio piloto para realizar mediciones de control de los patrones. La tabla 2 muestra el esquema de circulación así como las fechas y tiempos asignados a cada NMI.

Región Metrológica	NMI	Fecha programada	Fecha de medición
EUROMET	OFMET	Marzo-1998	Marzo-1998
	NPL	Mayo-1998	Mayo-1998
	LNE	Junio-1998	Junio-1998
Piloto	OFMET	Julio-1998	Julio-1998
NORAMET	NRC	Agosto-1998	Agosto-1998
	NIST	Septiembre-1998	Septiembre-1998
	CENAM	Octubre-1998	Octubre-1998
Piloto	OFMET	Noviembre-1998	Diciembre-1998
COOMET	VNIIM	Enero-1999	Enero-1999
	OFMET	Febrero-1999	Febrero-1999
	CSIRO	Marzo-1999	Marzo-1999
APMP	NRLM	Abril-1999	Abril-1999
	KRISS	Mayo-1999	Mayo-1999
	NIM	Junio-1999	Julio-1999
Piloto	OFMET	Agosto-1999	Septiembre-1999

Tabla 2. Calendario de mediciones.

¹ Del inglés, *Mutual Recognition Agreement*.

² Del inglés, *National Metrology Institute*.

El tiempo asignado a cada *NMI* fue de un mes incluyendo transportación y liberación de aduanas. La comparación se realizó sin contratiempos y fueron entregados los patrones a los *NMIs* sin retrasos.

Patrones.

Se emplearon 10 bp de acero y 10 bp de carburo de tungsteno (CT) de sección rectangular de acuerdo a la norma ISO 3650.

El laboratorio piloto (OFMET) determinó para cada bp el coeficiente de expansión térmica con una exactitud diez veces mejor a la que normalmente se conoce. Este valor fue utilizado para que los laboratorios realizaran las correcciones y estimación de incertidumbre correspondientes.

En la siguiente tabla se enumeran los bp utilizados indicando las características técnicas de estos.

BLOQUES PATRON DE ACERO			
Identificación	Longitud Nominal (mm)	Coefficiente de expansión ($10^{-6} K^{-1}$)	Marca
210282	0,5	11,52 ± 0,1	CARY
323288	1,01	11,52 ± 0,1	CARY
2123584	1,1	11,52 ± 0,1	CARY
10071	6	11,52 ± 0,1	CARY
160087	7	11,52 ± 0,1	CARY
70103	8	11,52 ± 0,1	CARY
1823395	15	11,52 ± 0,1	CARY
2423259	80	11,56 ± 0,03	CARY
723260	90	11,72 ± 0,03	CARY
2923539	100	11,52 ± 0,03	CARY
BLOQUES PATRON DE CARBURO DE TUNGSTENO			
Identificación	Longitud Nominal (mm)	Coefficiente de expansión ($10^{-6} K^{-1}$)	Marca
92605	0,5	4,24 ± 0,1	CARY
2023289	1	4,24 ± 0,1	CARY
1020632	1,01	4,24 ± 0,1	CARY
2020987	1,1	4,24 ± 0,1	CARY
222685	6	4,24 ± 0,1	CARY
2495598	7	4,24 ± 0,1	CARY
1922087	8	4,24 ± 0,1	CARY
B 32364	80	4,24 ± 0,1	SELECT
H 580223-007	90	4,24 ± 0,1	--
B 32365	100	4,24 ± 0,1	SELECT

Tabla 3. Patrones utilizados en la comparación.

TÉCNICA DE MEDICIÓN.

La medición debió realizarse por interferometría absoluta, en posición vertical y adhiriendo los bloques a una platina, preferentemente del mismo material que el bp. En el caso de CENAM se utilizó una

platina de acero para la medición de los bp de ambos materiales, ya que no contábamos con platinas de CT

La longitud central del bp es la distancia perpendicular entre el punto central de la cara libre de medición y la superficie del plano de referencia (platina) donde el bloque está adherido. La medición se repitió por ambas caras y se reportó el promedio.

La mayoría de los laboratorios a excepción de dos (VNIIM y NIM) aplicaron una corrección de fase para compensar cualquier diferencia en material y rugosidad superficial entre el bp y las platinas.

Los instrumentos utilizados por los distintos participantes se resumen en la tabla 4. Se incluye la marca y tipo de instrumento, así como las fuentes de luz utilizadas indicando su longitud de onda nominal.

Lab.	Marca y tipo de interferómetro	Fuentes de luz, longitud de onda (nm)
OFMET	NPL TESA, Twyman Green	HeNe láser TESA, 633 HeNe laser TESA, 543
NPL	NPL TESA, Twyman Green	HeNe laser TESA, 633 HeNe laser TESA, 543
LNE	NPL TESA, Twyman Green	HeNe laser HP, 633 Nd:YAG laser BNM/INM, 532
NRC	NRC, Twyman Green	HeNe laser Coherent, 633 HeNe laser TESA, 612 HeNe laser TESA, 543
NIST	NPL Hilger Watts, Twyman Green	HeNe laser spectra physics, 633
CENAM	NPL TESA, Twyman Green	HeNe laser TESA, 633 HeNe laser TESA, 543
VNIIM	VNIIM gauge block interferometer	HeNe laser, 633 ¹¹⁴ Cd spectral lamp
CSIRO	Hilger Watts, Twyman Green	I ₂ -stab. HeNe laser, 633 I ₂ -stab. HeNe laser, 612 I ₂ -stab. HeNe laser, 543
NRLM	NRLM Tsugami, Twyman Green	I ₂ -stab. HeNe laser, 633 ¹⁹⁸ Hg spectral lamp
KRISS	Tsugami, Twyman Green	Cd spectral lamp Hg spectral lamp
NIM	Koesters, Carl Zeiss Jena	Lamb dip stab. HeNe laser, 633

Tabla 4. Instrumentos de medición.

DESARROLLO DE LA COMPARACIÓN.

La comparación se llevó a cabo de acuerdo al calendario preestablecido sin contratiempos. Fue muy importante que el laboratorio piloto midiera los bp después de circular en cada región para monitorear la estabilidad de los mismos. Este laboratorio realizó calibraciones interferométricas y por comparación mecánica, al inicio en marzo de 1998, y al final de la comparación en septiembre de 1999. Además, efectuó tres calibraciones por comparación mecánica mas, en total cinco, al final de cada circuito regional. Los resultados obtenidos

muestran que no hubo cambios significativos en la longitud central durante la comparación [2].

Los bp utilizados estaban en perfecto estado al inicio de la comparación. Con objeto de hacer patente cualquier deterioro, los laboratorios participantes informaron, mediante un dibujo, el estado en que recibían los bp indicando rayaduras o cualquier otro daño observado. Es de notar que mientras que las superficies de medición de los bp de CT permanecieron impecables hasta el final de la comparación; los bp de acero fueron presentando rayaduras como consecuencia de las múltiples adherencias a las que iban siendo sometidos, así como manchas de óxido.

Esta degradación de las superficies se consideró aceptable excepto para el bloque de 1,1 mm el cual no pudo ser medido por el último participante pues ya no pudo adherirlo.

La temperatura de los bp fue monitoreada por un pequeño registrador (data logger) el cual viajó en el contenedor durante toda la comparación. La evaluación de los datos mostró que la temperatura se mantuvo entre 5 °C y 35 °C durante toda la comparación por lo que se garantiza que no sufrieron daños debidos a la misma.

RESULTADOS.

El resultado de medición reportado fue la desviación de la longitud central respecto de la longitud nominal $\Delta l = l - L$. Los resultados reportados son el promedio de las desviaciones registradas por ambas caras de los bp.

Los resultados de medición fueron corregidos a la temperatura de referencia de 20 °C, empleando los coeficientes de expansión térmica dados por el laboratorio piloto.

Las tablas 5 y 7 muestran la desviación de la longitud central y las tablas 6 y 8 la incertidumbre estándar para los bp de acero y CT, respectivamente; obtenidas por cada uno de los participantes.

El laboratorio VNIIM no reporto resultado para el bloque de 0,5 mm debido a que determinó que la planitud del mismo estaba fuera de tolerancia.

CENAM	15	20	47	26	-3	13	21	-19	-119
VNIIM	*	60	68	25	32	36	25	-32	-104
CSIRO	28	46	53	37	12	51	27	-20	-114
NRLM	23,9	17,7	44,1	27	-2,2	15,1	47,3	9,1	-89,4
KRISS	18,7	20,3	22,1	12,8	-24,2	8,1	30,4	-18,4	-104,3
NIM	30	48	56	42	12	28	44	18	-90

Tabla 5. Desviación respecto de la long. central, bp de acero.

Lab	Longitud nominal del BP / mm								
	0,5	1,01	6	7	8	15	80	90	100
OFMET	9	9	8	8	8	8	11	12	13
NPL	14	14	14	14	14	15	28	31	33
LNE	10	10	10	10	10	10	14	15	16
NRC	13	13	14	14	14	14	21	22	24
NIST	8,9	9	9,4	9,5	9,6	10,3	16,1	17	17,9
CENAM	7	7	7,1	7,1	7,2	7,4	15,6	17,3	18,7
VNIIM	*	8	8	8	8	8	12	14	15
CSIRO	9	9	9	9	9	9	14	15	16
NRLM	8,6	10,3	10,3	8,7	10,3	10,9	13,5	14,3	16,3
KRISS	13,1	12,2	13,6	11	11	13,2	17	18,9	20,6
NIM	5,4	5,4	5,5	5,5	5,5	5,6	8,9	9,6	10,3

Tabla 6. Incertidumbre estándar combinada para bp de acero.

Las figuras 1 y 2 muestran los resultados con las correspondientes barras que representan la incertidumbre estándar de los bp de acero de 7 mm y de 100 mm, respectivamente.

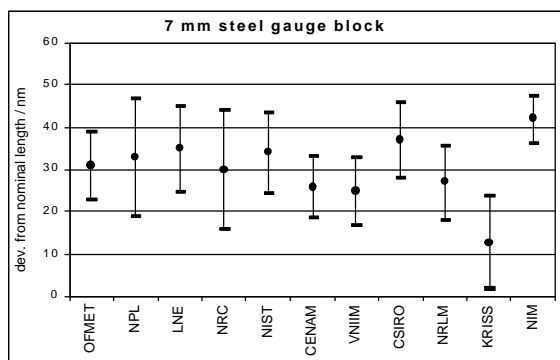


Figura 1.

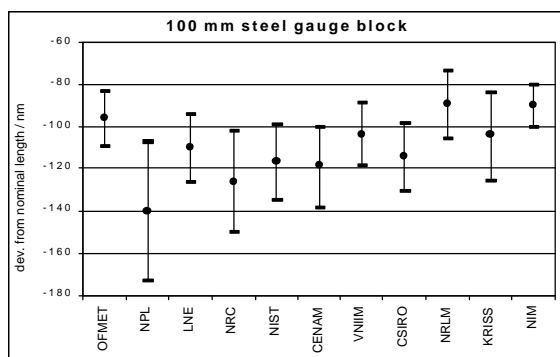


Figura 2.

Lab	Longitud nominal del BP / mm								
	0,5	1,01	6	7	8	15	80	90	100
OFMET	17	34	52	31	-1	16	22	-21	-96
NPL	20	25,5	54,5	33,5	1,5	22,5	38,5	-14	-140
LNE	15	25	54	35	4	20	28	-24	-141
NRC	29	28	36	30	2	14	9	-37	-151
NIST	26	42	57	34	9	30	33	-23	-152

Lab	Longitud nominal del BP / mm									
	0,5	1	1,01	1,1	6	7	8	80	100	
OFMET	23	15	24	-54	-50	26	45	111	-66	
NPL	24	15	23	-51	-48	29	53,5	116,5	-94	
LNE	41	30	37	-36	-34	44	56	116	-65	
NRC	29	18	29	-51	-48	28	49	90	-97	
NIST	35	24	32	-38	-41	39	58	101	-78	

CENAM	-2	-9	10	-72	-61	17	35	87	-101
VNIIM	24	-9	-12	-82	-96	-6	30	64	-110
CSIRO	31	33	39	-32	-29	49	64	105	-71
NRLM	18,8	12,5	35,1	-66,4	-50,4	13,2	40,5	101,2	-69,6
KRISS	17,8	8,8	19,6	-62	-57,9	27	37,3	112,3	-67,5
NIM	32	21	28	-50	-48	32	58	113	-58

Tabla 7. Desviación respecto de la long. central, bp de carburo de tungsteno.

Lab	Longitud nominal del BP / mm									
	0,5	1	1,01	1,1	6	7	8	80	100	
OFMET	9	9	9	9	8	8	8	10	11	
NPL	14	14	14	14	14	14	14	17	19	
LNE	10	10	10	10	10	10	10	11	11	
NRC	13	13	13	13	14	14	14	21	24	
NIST	8,9	9	9	9	9,4	9,5	9,6	16,1	17,9	
CENAM	7	7	7	7	7	7	7	9,4	10,4	
VNIIM	8	8	8	8	8	8	8	12	14	
CSIRO	9	9	9	9	9	9	9	11	12	
NRLM	8,6	8,6	8,6	10,3	8,6	8,6	8,6	9,8	10,4	
KRISS	9,9	10	9,7	9,4	10	10,4	10,6	14,6	15,8	
NIM	5,4	5,4	5,4	5,4	5,5	5,5	5,5	7,2	8	

Tabla 8. Incertidumbre estándar combinada para bp de carburo de tungsteno.

Las figuras 3 – 4 muestran los resultados de la desviación con las correspondientes barras que representan la incertidumbre estándar de los bp de CT de 7 mm y 100 mm, respectivamente.

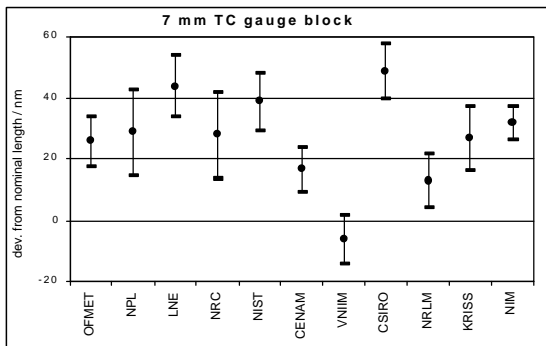


Figura 3.

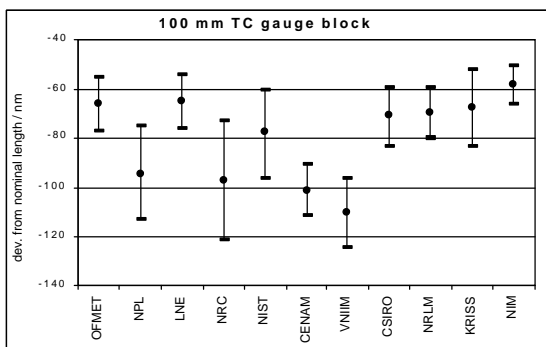


Figura 4.

DISCUSIÓN

Análisis estadístico.

Los resultados de las mediciones fueron analizados por métodos estadísticos simples. Esto permitió la identificación de cualquier sesgo. Para cada laboratorio se calculó el promedio $\langle \Delta l \rangle$ de las medias, la desviación estándar y la desviación estándar normalizada s_n para todos los bp.

En la tabla 9 se incluyen los resultados obtenidos para cada laboratorio y por tipo de material para los tres parámetros estadísticos mencionados.

Lab.	Bloque patrón de acero			Bloque patrón de Carburo de Tungsteno		
	$\langle \Delta l \rangle / \text{nm}$	s / nm	S_n	$\langle \Delta l \rangle / \text{nm}$	s / nm	S_n
OFMET	-1,2	6,8	0,6	2,1	5,6	0,5
NPL	-2,8	11,3	0,4	1,5	7,6	0,4
LNE	-2,0	5,0	0,5	14,9	3,0	0,3
NRC	-8,9	9,5	0,5	-0,9	7,9	0,4
NIST	2,9	5,8	0,5	8,6	5,1	0,6
CENAM	-7,1	3,6	0,6	-16,8	6,0	0,9
VNIIM	8,4	16,0	1,8	-28,0	12,9	1,2
CSIRO	6,1	10,0	1,1	14,9	7,2	0,8
NRLM	3,1	14,5	1,1	-2,2	8,8	1,0
KRISS	-11,1	12,1	1,0	-2,2	8,3	0,7
NIM	13,7	9,1	0,8	8,1	5,8	0,7

Tabla 9. Análisis de resultados.

La consistencia estadística de una comparación puede analizarse por la relación Birge R_B [3]. R_B tiene un valor esperado de 1. Para un factor de cobertura de $k = 2$, los resultados en una comparación son consistentes si se cumple que para 11 participantes, un $R_B \neq 1,38$; un valor mayor a 1,38 implica que los laboratorios han subestimado su incertidumbre.

La tabla 10 muestra la relación de Birge para los bp de acero y de CT. Para los bp de CT se eliminaron los resultados del VNIIM.

Bloque patrón acero		Bloque patrón de CT	
Long. nominal	R_B	Long. nominal	R_B
0,5	0,74	0,5	1,56
1,01	1,67	1	1,51
6	1,10	1,01	1,09
7	0,93	1,1	1,54
8	1,52	6	1,13
15	1,34	7	1,29
80	0,79	8	1,22
90	1,32	80	0,92
100	0,82	100	1,26

Tabla 10. Resultados de la relación Birge.

Fuentes de incertidumbre.

En el protocolo técnico se dio un modelo matemático y se invitó a los laboratorios participantes a que se apegaran lo mas posible a éste. El modelo consideró las siguientes fuentes:

λ_i - longitud de onda en el vacío;

F_i - fracción de franja;
 n - índice de refracción del aire;
 Δt_G - dif. de temp. del bp respecto a la temp. estándar;
 α - coeficiente de expansión térmica;
 δl_Ω - corrección por oblicuidad;
 Δl_s - corrección del diámetro de apertura;
 δl_A - corrección por errores del frente de onda;
 δl_G - corrección por la desviación en planitud y variación de longitud del bp;
 δl_W - película de pegado;
 Δl_Φ - corrección de fase;

La variación de la corrección de fase (Δl_Φ) no se consideró en el modelo original, sin embargo dos laboratorios lo incluyeron en su balance.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

La decisión de limitar el número de participantes a once fue acertada pues el deterioro de las superficies de los bp de acero al final de la comparación fue considerable; además, la comparación se hubiese prolongado por un período superior a dos años convirtiéndola en un ejercicio impráctico.

Los resultados de medición de la mayoría de los *NMI* fueron buenos. La desviación estándar de la media es pequeña respecto de la incertidumbre estándar reportada. La desviación estándar para los bp de CT fue por lo general menor que para el acero. Esto se debe básicamente a la buena calidad de la superficie y adherencia que los bp de CT presentaron.

Cabe hacer notar que la desviación estándar no toma en cuenta errores sistemáticos. Esto se observa en los resultados de algunos *NMI* para los bp de CT. CENAM presentó en estos bloques una desviación sistemática respecto al valor medio.

Con respecto a los resultados obtenidos por CENAM es importante destacar que la incertidumbre declarada es de las más pequeñas, especialmente para bp de longitud nominal menor a 10 mm. El hecho de haber declarado estas incertidumbres castigó nuestros resultados de acuerdo al criterio de equivalencia. Sin embargo, las desviaciones de todos los bp de acero de acuerdo al criterio de equivalencia son satisfactorios. Para el caso de los bp de CT no ocurre lo mismo, aquí quedaron fuera 5 de los 9 bloques, observándose un error sistemático del orden de -20 ± 5 nm.

Los errores sistemáticos solo pueden identificarse con una comparación como la efectuada, y debido a que el conjunto formado por: operador, interferómetro y laboratorio, son confiables (los valores de

repetibilidad de las mediciones son de los mejores), esto nos permite corregir el error sistemático.

Cabe señalar que actualmente la División de Metrología Dimensional ya cuenta con una platina de CT y está en fase de caracterización para desechar el servicio de calibración sobre platinas de acero. Es importante mencionar que durante los 7 años que hemos brindado el servicio de calibración de bp, nunca hemos recibido un juego de bloques de CT, excepto en comparaciones, ya que el mercado nacional está compuesto de alrededor del 90% de bp de acero y el 10% de bp de cerámica.

Es notorio también que dos laboratorios no realizaron la corrección de fase al realizar las mediciones, como lo indica la norma. Esta corrección considera la diferencia que existe entre los planos óptico y mecánico de las superficies de la platina y del bloque que se obtienen al medir por interferometría y comparación mecánica, respectivamente.

Otro punto interesante de esta comparación fue que cuatro *NMI* usaron la misma marca de interferómetro incluido el CENAM, sin embargo los resultados no muestran ningún tipo de correlación. La capacidad de medición no solo depende del instrumento, también dependen de otros factores como son: adherencias, corrección de fase, calidad de la platina, calibración de equipos periféricos al interferómetro, temperatura y humedad, principalmente, es decir, de todas las variables de influencia durante el proceso de medición

También, se propuso que en la próxima comparación de bp que organice el CCL, se incluyan bp cerámica, ya que son mucho más utilizados que los de CT.

Finalmente, cabe mencionar que estamos satisfechos con los resultados obtenidos, ya que hemos podido detectar que nuestros errores aleatorios son tan pequeños que nos permiten corregir nuestros errores sistemáticos de una manera eficaz, para el caso de los bp de CT. Para los bp de acero que son el servicio que normalmente prestamos nuestros resultados fueron excelentes.

REFERENCIAS

- [1] T.J. Quinn, Guidelines for CIPM key comparisons, 1 March 1999.
- [2] R. Thalmann, CCL Key Comparison, CCL-K1, Calibration of gauge blocks by interferometry, final report, November 2000.
- [3] Statistical Analysis of Interlaboratory Comparisons, EUROMET workshop held at NPL on 11 –12 November 1999.