

LABORATORUL MĂRIMI OPTICE-INM: REZULTATE ÎN EURAMET PR K6

THE INM-OPTICAL QUANTITIES LABORATORY: RESULTS IN EUROMET PR K6

Mihai SIMIONESCU, Amadeu SEUCAN

INSTITUTUL NAȚIONAL DE METROLOGIE
NATIONAL INSTITUTE OF METROLOGY

Rezumat. In 2001-2009 s-au desfășurat lucrările EUROMET PR K6 (transmitanță spectrală). Bazate pe raportul preliminar B diseminat de laboratorul pilot (LNE-INM, Franța), sunt prezentate sintetic lucrările desfășurate și rezultatele obținute de laboratorul Mărimi Optice –INM. In mod specific, sunt prezentate: etalonul de referință INM, ecuația de măsurare și incertitudinile estimate. In fine, sunt raportate gradele de echivalență obținute de diferiți participanți.

Cuvinte cheie: comparație cheie CIPM-MRA, incertitudine de măsurare, valoare de referință a comparației cheie (KCRV), grad de echivalență (DoE).

Abstract. During 2001-2009 the EUROMET PR K6 (for spectral transmittance) was organized. Based on the draft report B issued by the pilot laboratory (LNE-INM, France) the activities and the results of the Optical Quantities laboratory of INM are reported. Specifically, the reference standard of INM, its measurement equation and estimated uncertainties are dealt with. Finally, the degrees of equivalence of the results reported by the participants are reported.

Key words: CIPM-MRA key comparison, measurement uncertainty, key comparison reference value (KCRV), degree of equivalence (DoE).

1. INTRODUCERE

Transmitanța spectrală este mărimea de bază pentru derivarea unor mărimi cu numeroase aplicații în viața de zi cu zi [1]. La cel mai înalt nivel de exactitate, scările unității de transmitanță spectrală sunt realizate și menținute pe/cu instrumente de referință [2,3,4]. La nivele de exactitate inferioare, unitatea este menținută și diseminată cu filtre etalon de calitate ridicată. Acestea constituie cea mai exactă și sigură referință pentru verificarea sau etalonarea unei game largi de instrumente spectrofotometrice. Astfel, rezultatele obținute cu zeci de mii de instrumente utilizate în sănătate și protecția mediului, ca și în laboratoare industriale, de cercetare, etc. sunt trasabile la referința națională pentru transmitanță spectrală. În consecință, impactul măsurărilor de transmitanță spectrală nu poate fi supraestimat, iar încrederea în rezultatele acestor măsurări este un obiectiv major. În acest context, este necesară participarea la comparații internaționale de nivel ridicat. Ținând cont de poziția sa în infrastructura calității, Laboratorul Mărimi Optice din INM [5] participă la comparările organizate în cadrul CIPM-MRA [6].

1. INTRODUCTION

The spectral transmittance is the basis for a whole range of derived units with broad applications in everyday life [1]. At the highest accuracy level, the spectral transmittance scales are realized and maintained on reference instruments [2,3,4]. At lower accuracy level, the unit is maintained and disseminated with high quality standard filters. They provide the most accurate and reliable reference when checking / calibrating a wide range of photometric and spectro-photometric instruments. Throughout Romania the measurements results obtained with tens of thousands of instruments used by health and environment as well as by industrial and research laboratories are traceable to the national reference standard of spectral transmittance. Consequently, the impact of spectral transmittance measurements cannot be overestimated and the confidence in their results is of major concern. Within this context, participation in international comparisons is necessary in order to provide the required level of confidence in reported calibration results. Considering its role in the national quality infrastructure, the Optical Quantities Laboratory of INM [5] participate to Key Comparisons within the CIPM-MRA [6] framework.

2. EUROMET PR K6 PARTICIPARE

EUROMET PR K6 [8] este o comparație stea legată de comparația CCPR K6 [7] și organizată în conformitate cu Ghidul CIPM pentru Comparații cheie [9]. Institutele naționale de metrologie participante în comparație sunt prezentate în tabelul 1.

2. EUROMET PR K6 PARTICIPATION

EUROMET PR K6 [7]. It is a star type comparison linked to the CCPR K6 [8] and organized according the CIPM Guide for Key comparisons [9]. The National Institutes of Metrology participating in the comparison are presented in Table 1.

Tabelul 1. Participanți în EUROMET-PR-K6
Table 1. EUROMET-PR-K6 participants

Institut Național de Metrologie / abreviere <i>National Metrology Institute / acronym</i>	Țara <i>Country</i>
BEV	Austria
LNE-INM/CNAM	Franța
CETO/IPQ	Portugalia
CMI	Republica Cehă
GUM	Polonia
MIKES	Finlanda
INRIM	Italia
IFA	Spania
INM	Romania
MKEH	Ungaria
NMi	Olanda
NPL	Regatul Unit
PTB	Germania
SMU	Slovacia
SP	Norvegia
UME	Turcia

3. ETALOANE DE TRANSFER UTILIZATE

Conform protocolului comparației [7], ca etaloane de transfer au fost utilizate seturi de filtre puse la dispoziție de laboratorul pilot (LNE-INM/CNAM). Fiecare set a constat în câte cinci filtre realizate din sticlă optică, având dimensiunile principale de 50 mm × 50 mm și transmitanțe nominale la 546 nm de aproximativ 0,92, 0,56, 0,10, 0,010 și 0,001.

Principale caracteristici ale etaloanelor de transfer utilizate sunt prezentate în Tabelul 2.

3. DESCRIPTION OF TRANSFER STANDARDS

According to the comparison protocol [9] Sets of high quality filters provided by the pilot laboratory (LNE-INM/CNAM) were used as transfer standards. Each filter sets was consisting of 5 neutral coloured glass filter plates of 50 mm × 50 mm, with nominal transmittances of approximately 0,92, 0,56, 0,10, 0,010 and 0,001 (at 546 nm).

Main characteristics of the transfer filters used in the comparison are presented in Table 2.

Tabelul 2. Principale caracteristici ale etaloanelor de transfer
Tabelul 2. Transfer filters main characteristics

Seria filtrului Filter serial	Transmitanța nominală@ 546 nm Nominal transmittance @ 546 nm	Material Type of glass	Grosimea nominală (mm) Nominal thickness (mm)
A	0,92	BK 7	4.0
B	0,56	NG 11	1.5
C	0,10	NG 5	3.9
D	0,010	NG 4	3.9
E	0,0010	NG 3	3.1

4. ETALONUL DE REFERINȚĂ AL INM – ROMÂNIA

În anii '80, achiziția unui etalon primar era practic imposibilă, așa că etalonul primar al INM, spectrofotometrul **SFTA1** (Fig. 1) a fost conceput și realizat la INM [10, 11]. **SFTA1** este un instrument mono-canal, operat în semnal continuu care permite măsurări de transmitanță absolută [1]. În acest scop el a fost prevăzut cu un sistem cu dublă deschidere instalat în permanență și care permite corecția abaterilor de la linearitatea fotometrică prin metoda (absolută) de adăugare a semnalelor [2, 3, 4].

5. REFERENCE STANDARD OF NIM – ROMANIA

During the '80-s, purchasing a primary standard was simply unthinkable so that the INM reference standard (**SFTA 1**), presented in Figure 1, was an “in house” designed and built instrument [10, 11]. It is a single channel, double monochromator, dc instrument, providing absolute transmittance measurements [1, 2, 3]. Therefore it is equipped with a permanently installed double aperture device allowing for absolute non linearity correction (Fig. 1).

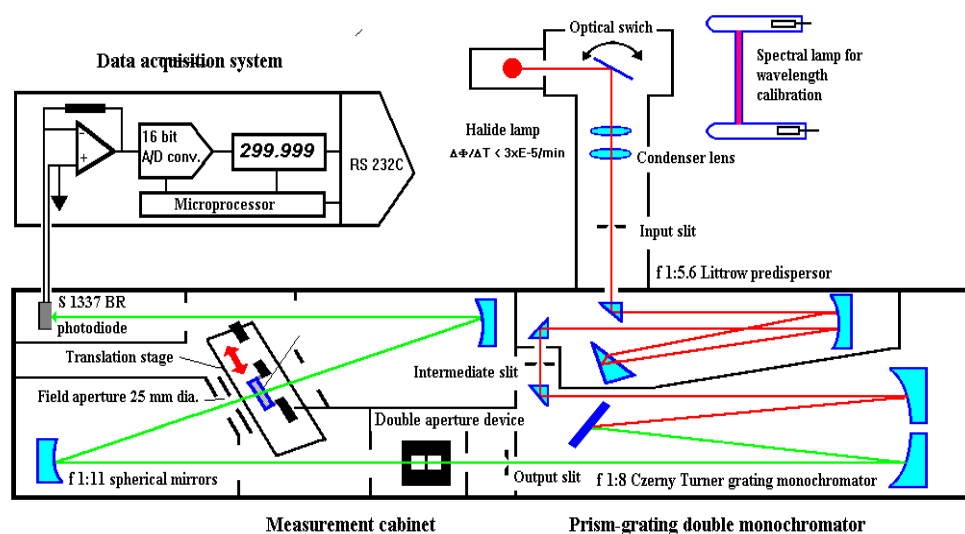


Fig. 1. SFTA1 Schema generală.
Fig. 1. The SFTA 1 set up.

5. ECUAȚIA DE MĂSURARE ȘI INCERTITUDINILE ESTIMATE LA INM

Ecuția de măsurare cu **SFTA 1** [12, 13, 14, 15] este:

$$\tau(\lambda_{ca}) = \tau(\lambda_{ind}) \cdot \left[1 + \frac{\delta\tau}{\delta\lambda} \cdot \frac{(\lambda_{ind} - \lambda_{ca})}{\tau_\lambda} \right] \cdot C_{lin} \cdot C_{geom} \cdot C_{stray} \cdot C_T \quad (1)$$

unde:

$$\tau(\lambda_{ind,i}) = \frac{\overline{Y_{i,j}}(P) - \overline{Y_{i,j}}(N)}{\overline{Y_{i,j}}(0) - \overline{Y_{i,j}}(N)} \quad (2)$$

cu: $\overline{Y_{i,j}}(P)$ și $\overline{Y_{i,j}}(0)$ semnalele medii de ieșire cu/fără filtru în traseul optic (Fig. 1);

$\overline{Y_{i,j}}(N)$ – semnalul mediu de ieșire când traseul optic este obturat;

λ_{ind} și λ_{ca} – lungimile de undă indicate și convențional adevărate ale radiației din fasciculul de măsurare;

4. INM MEASUREMENT EQUATION AND ESTIMATED UNCERTAINTIES

The **SFTA 1** measurement equation [12, 13, 14, 15] is given by (1):

where :

$$\tau(\lambda_{ind,i}) = \frac{\overline{Y_{i,j}}(P) - \overline{Y_{i,j}}(N)}{\overline{Y_{i,j}}(0) - \overline{Y_{i,j}}(N)} \quad (2)$$

with: $\overline{Y_{i,j}}(P)$ and $\overline{Y_{i,j}}(0)$ – the mean signals with/without the filter in the optical path (Fig.1);

$\overline{Y_{i,j}}(N)$ – the mean signal when the optical path is blocked;

λ_{ind} and λ_{ca} – the indicated / true wave-

lengths of the monochromatic beam;

C_{lin} , C_{geom} , C_{stray} , C_T – factori de corecție pentru nelinearitatea fotometrică, geometria de măsurare, radiații parazite și temperatura mediului/filtrului etalonat.

Incertitudinile standard astfel estimate sunt prezentate în Tabelul 3 și 4.

C_{lin} , C_{geom} , C_{stray} , C_T - correcting factors for the photometric nonlinearity, measurement geometry, stray light and filter temperature.

The estimated Standard Uncertainty are presented in Table 3 and 4.

Tabelul 3. Incertitudini tip A estimate la INM
Table 3. INM estimated type A uncertainties

λ (nm)	Filtru "A" Filter "A"	Filtru "B" Filter "B"	Filtru "C" Filter "C"	Filtru "D" Filter "d"	Filtru "E" Filter "e"
380	1,37E-04	5,94E-04	2,51E-05	6,25E-07	
400	1,01E-04	1,76E-04	7,84E-05	3,55E-06	3,57E-07
500	9,27E-05	1,81E-04	4,13E-05	4,34E-06	2,98E-07
600	1,29E-04	1,77E-04	5,64E-05	5,38E-06	1,06E-07
700	1,38E-04	1,72E-04	5,85E-05	1,71E-05	2,12E-06
800	1,38E-04	6,37E-05	6,76E-05	1,60E-05	4,02E-06
900	1,93E-04	5,03E-05	6,28E-05	8,03E-06	3,50E-06
1000	10,12E-04	6,44E-04	1,49E-04	1,43E-05	1,31E-05

Tabelul 4. Incertitudini tip B estimate la INM
Table 4. INM estimated type B uncertainties

λ (nm)	Filtru "A" Filter "A"	Filtru "B" Filter "B"	Filtru "C" Filter "C"	Filtru "D" Filter "D"	Filtru "E" Filter "E"
380	7,60E-04	2,99E-03	5,34E-04	1,14E-05	
400	6,08E-04	3,27E-04	2,22E-04	2,44E-05	1,78E-06
500	5,44E-04	2,67E-04	1,18E-04	1,32E-05	1,76E-06
600	5,45E-04	2,62E-04	1,27E-04	1,71E-05	2,37E-06
700	5,46E-04	2,75E-04	2,84E-04	5,27E-05	1,16E-05
800	5,46E-04	2,56E-04	1,28E-04	3,31E-05	1,24E-05
900	5,46E-04	2,39E-04	1,14E-04	2,85E-05	1,24E-05
1000	5,52E-04	3,03E-04	1,21E-04	3,68E-05	1,79E-05

Notă: În Tabelul 3 și Tabelul 4 nu sunt incluse componentele incertitudinilor generate de instabilitatea filtrelor utilizate.

Note: The components associated to the samples/filters instability were not included in Table 3 and Table 4

6. REZULTATELE OBȚINUTE DE INM ÎN EURAMET PR K6

Rezultatele comparațiilor cheie CIPM-MRA sunt raportate sub forma unor grade de echivalență (DoE) determinate pentru fiecare laborator participant, care includ diferențele dintre valorile obținute de acesta și valorile de referință ale comparației cheie (KCRV) și incertitudinile asociate acestora [7, 8, 9, 14, 15].

Rezultatele EUROMET PR K6 sunt prezentate în Fig. 2, Fig. 3, Fig. 4, Fig. 5 și Fig. 6 [15] la lungimile de undă de 380, 400, 500, 600, 700, 800, 900 și 1000 nm.

5. RESULTS OBTAINED BY INM IN EUROMET PR K6

The results of CIPM-MRA key comparisons are expressed in terms of degrees of equivalence (DoE) including the difference of a given laboratory values from the Key Comparison Reference Values (KCRV) and its associated uncertainty.

Graphical representation of the INM DoE (k=2) is given in Fig. 2, Fig. 3, Fig. 4, Fig. 5 and Fig. 6 [15] at the wavelengths of 380, 400, 500, 600, 700, 800, 900 și 1000 nm.

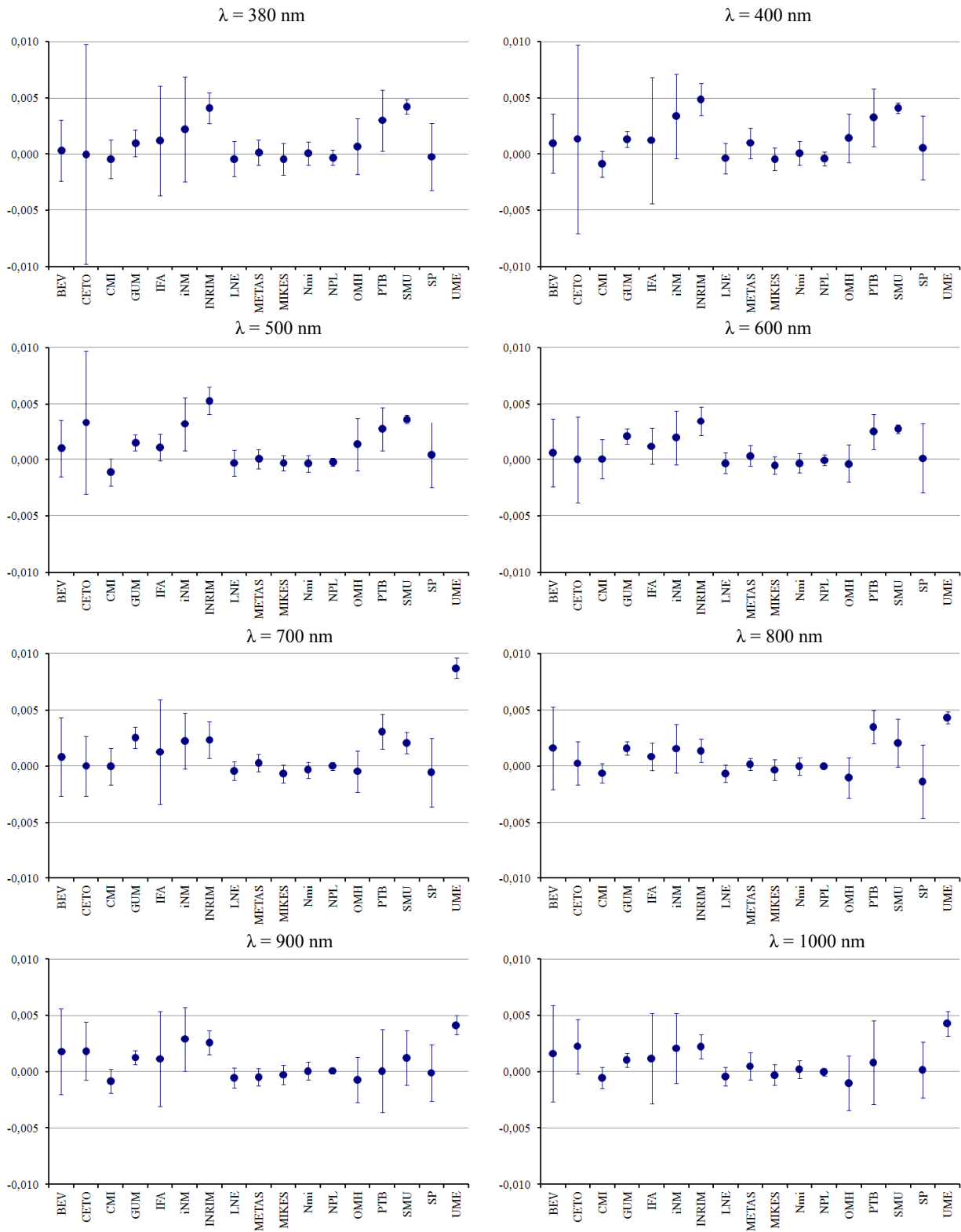


Fig. 2. Filtru "A"; Transmitanța nominală: 0,92.
Fig. 2. Filter "A"; Nominal transmittance: 0,92.

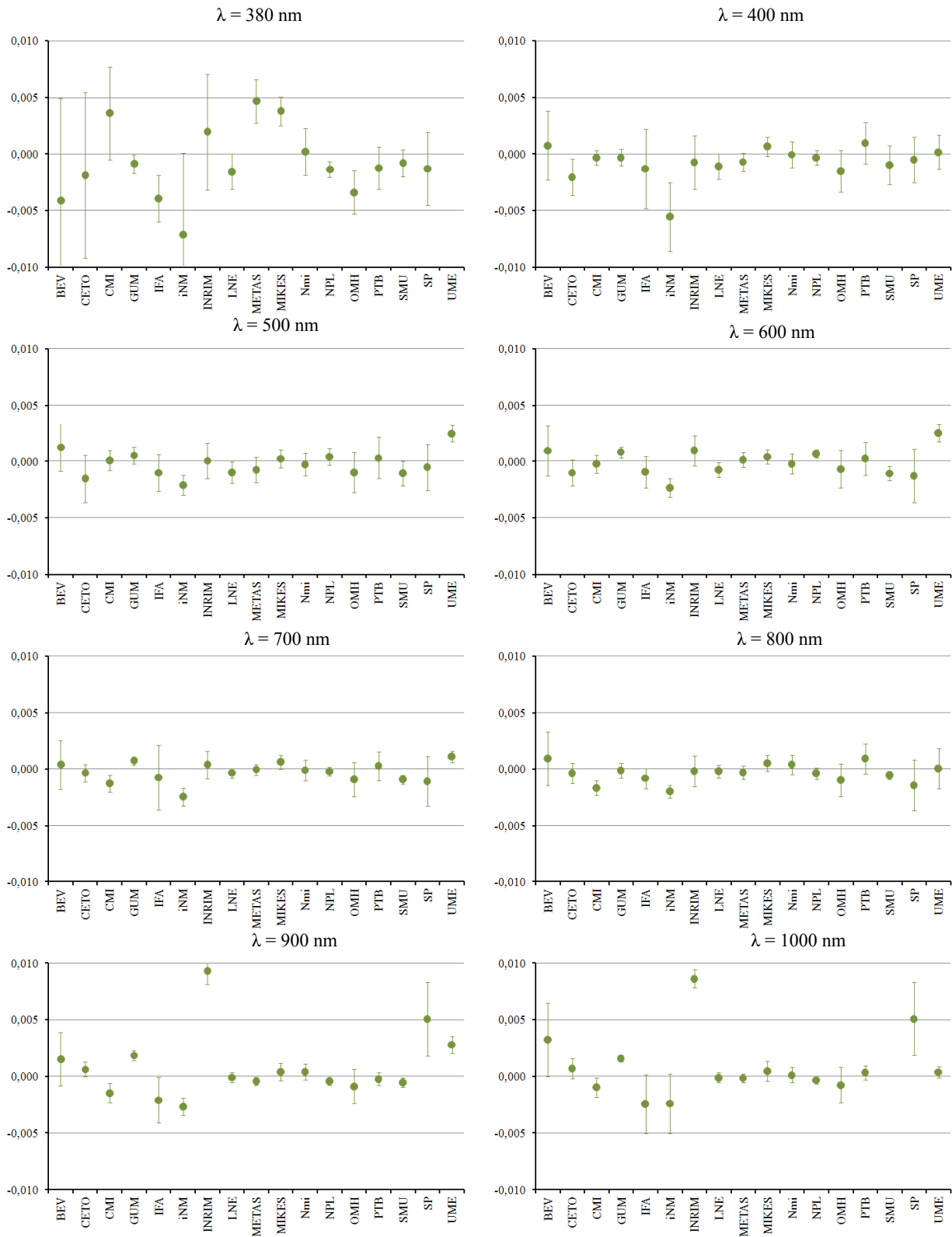


Fig. 3. Filtru "B"; Transmitanța nominală: 0,56.
Fig. 3. Filter "B"; Nominal transmittance: 0,56.

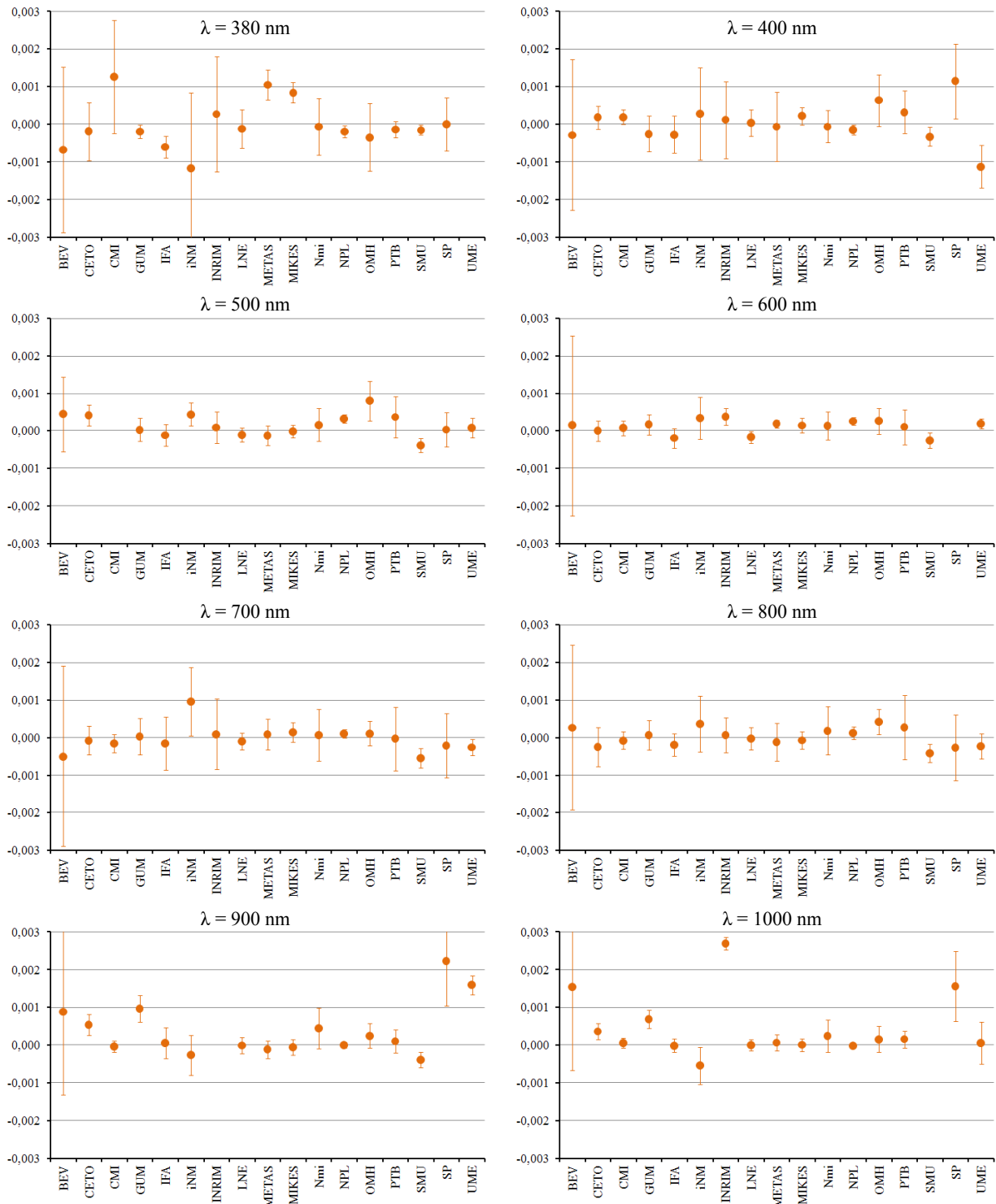


Fig. 4. Filtru "C"; Transmitanța nominală: 0,10.
 Fig. 4. Filter "C"; Nominal transmittance: 0,10.

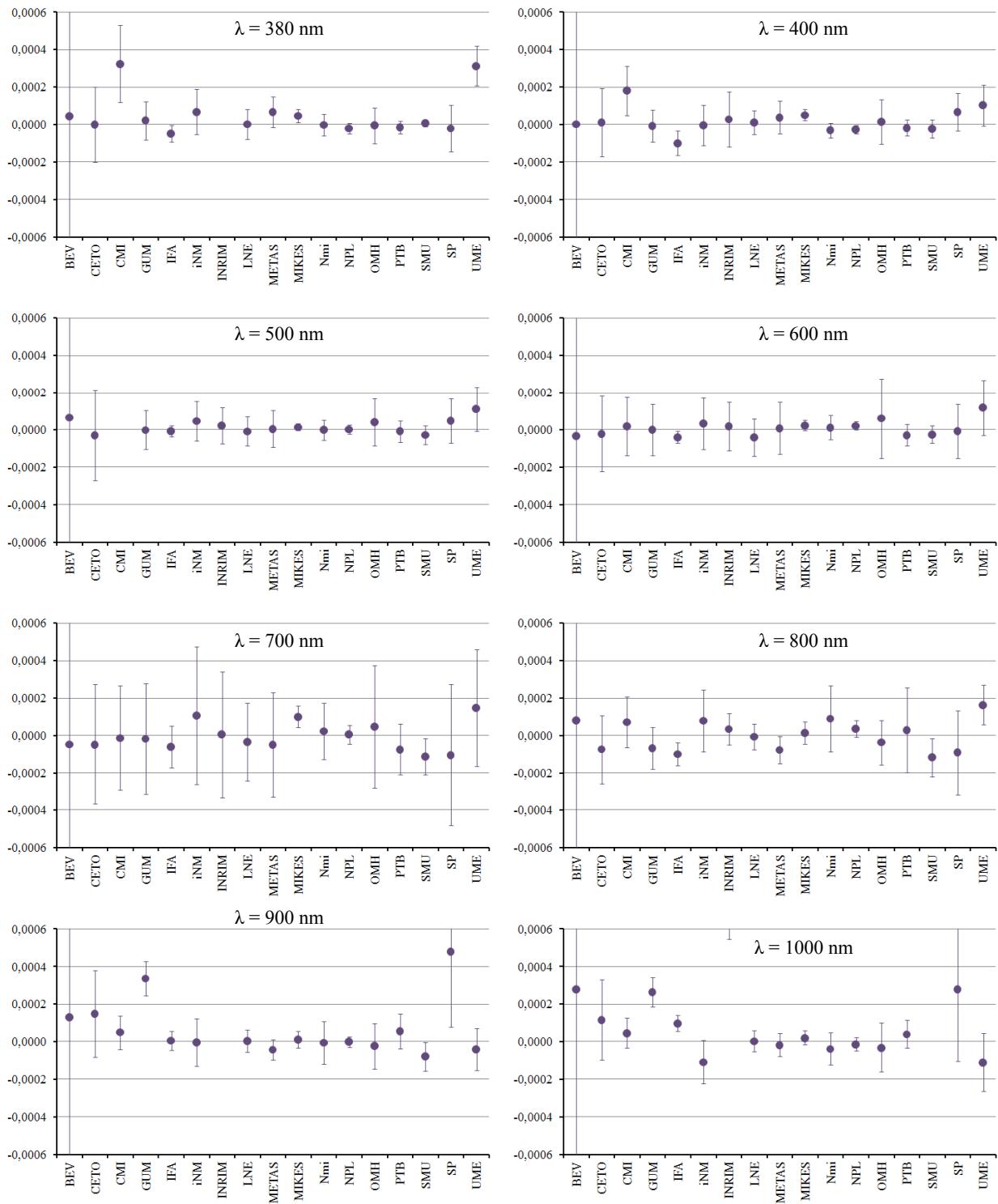


Fig. 5. Filtru "D"; Transmitanța nominală: 0,01.
Fig. 5. Filter "D"; Nominal transmittance: 0,01.

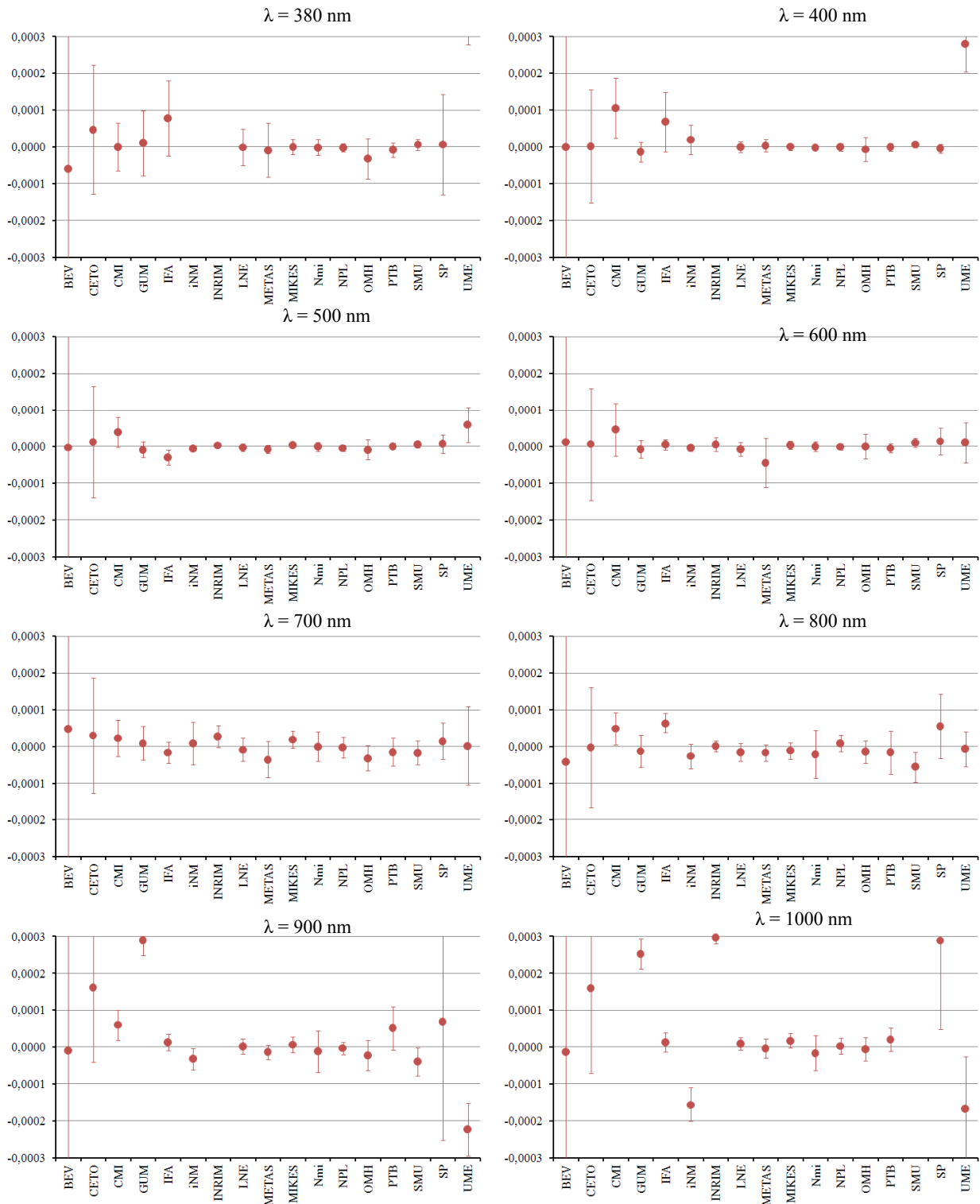


Fig. 6. Filtru “E”; Transmitanța nominală: 0,001.
Fig. 6. Filter “E”; Nominal transmittance: 0,001.

Notă: Incertitudinile reprezentate în Fig. 2... Fig. 6 includ și componentele datorate instabilității filtrelor de transfer.

Note: the uncertainties reported in Fig. 2...Fig 6 include the components due to the artefacts/filters imperfection and reproducibility.

7. CONCLUZII

Participarea la comparația **EUROMET PR K6** marchează un moment important în evoluția laboratorului Mărimi Optice din INM. Rezultatele obținute demonstrează capacitatea de etalonare a laboratorului în conformitate cu cerințele SR ISO 17025 :2005 [16]. Ele măresc încrederea în certificatele de etalonare emise și susțin, astfel, toate măsurările trasabile la referința INM. Totuși, nu trebuie uitat că menținerea unei capacități de etalonare competitive este la fel de dificilă și costisitoare ca și realizarea ei. În consecință, este prevăzută îmbunătățirea continuă a echipamentului și a procedurii existente, urmată de participarea la noi comparații internaționale.

REFERINȚE

- [1] ISO 31.6: Mărimi și Unități-Part. 6: Lumină și radiații electromagnetice;
- [2] F.J.J. Clarke, Journal of Research of NBS, Vol. 76 A, nr. 5, p.375-403, 1976;
- [3] R.Mavrodineanu, Journal of Research of NBS, Vol. 76 A, nr. 5, p.405-425, 1976;
- [4] K.D.Mielenz, Journal of Research of NBS, Vol. 76 A, nr. 5, p.455-467, 1976;
- [5] INM-site oficial, www.inm.ro;
- [6] Aranjamentul de Recunoaștere Mutuală a Etaloanelor Naționale și a Certificatelor de Etalonare emise de INM-uri, www.bipm.org/MRA;
- [7] J.Bastie, CIPM PR K 6 protocolul comparației, www.bipm.org/KCDB;
- [8] J.Bastie, EUROMET PR K 6 protocolul comparației, www.bipm.org/KCDB;
- [9] CIPM Ghid pentru Comparațiile Cheie, www.bipm.org;
- [10] Mihai Simionescu, Documentația etalonului național al unității "unu" a factorului spectral de transmisie, INM, 2006;
- [11] Mihai Simionescu, SFTA1, Spectrofotometru absolut pentru factorul spectral de transmisie, Calitate, Fiabilitate, Metrologie, Vol. XXXVI, nr. 5-6, 1989;
- [12] M.Simionescu, A.Seucan, Laboratorul Mărimi Optice-INM: Etape în procesul MRA, Lucrările Conferinței Internaționale INM-50 de ani, Vol. 2, p.493, 2001;
- [13] Mihai Simionescu, PS 17-08 INM Etalonarea filtrelor de factor spectral de transmisie;
- [14] ISO Ghid pentru exprimarea incertitudinii în măsurări;
- [15] J.Bastie, G.Obein, EUROMET PR K 6 raport, draft B, www.bipm.org/KCDB;
- [16] SR ISO 17025:2005: Cerințe generale pentru laboratoarele de încercare și etalonare, ASRO, 2005.

Revizia științifică:

Dragoș BOICIUC, Cercetător Științific I, doctor inginer, Director al Institutului Național de Metrologie, e-mail dragoș.boiciuc@inm.ro

Despre autori:

Mihai SIMIONESCU, doctor inginer, Cercetător Științific II, Șef laborator Mărimi Optice la Institutul Național de Metrologie, e-mail mihai.simionescu@inm.ro

Amadeu SEUCAN, Cercetător Științific II la Institutul Național de Metrologie, e-mail amadeu.seucan@inm.ro

6. CONCLUSION

EUROMET PR K6 participation is a milestone in the INM-Optical Quantities laboratory activity. The obtained results demonstrate the laboratory capability in according to the ISO 17025:2005 standard [16]. They increase the confidence in the issued calibration certificates thus supporting all measurements results traceable to the INM reference. One should not forget however that maintaining a competitive calibration capability is a continuous process. Consequently, continuous improvement on the existing equipment&techniques followed by participation in new comparisons is forseen.

REFERENCES

- [1] ISO 31.6: Quantities and units – Part 6: Light and electromagnetic radiations;
- [2] F.J.J. Clarke, Journal of Research of NBS, Vol. 76 A, nr. 5, p.375-403, 1976;
- [3] R. Mavrodineanu, Journal of Research of NBS, Vol. 76 A, nr. 5, p.405-425, 1976;
- [4] K.D.Mielenz, Journal of Research of NBS, Vol. 76 A, nr. 5, p.455-467, 1976;
- [5] INM presentation, www.inm.ro;
- [6] Mutual Recognition Arrangement for National Standards of measurement and Calibration Certificates issued by NMI-s, www.bipm.org/MRA;
- [7] J.Bastie, CIPM PR K 6 protocol, www.bipm.org/KCDB;
- [8] J.Bastie, EUROMET PR K 6 protocol, www.bipm.org/KCDB;
- [9] CIPM Guide for Key comparisons, www.bipm.org;
- [10] M.Simionescu, Documentation of the spectral transmittance unit national standard, INM, 2006;
- [11] M.Simionescu, SFTA 1- Absolute spectrophotometer for spectral transmittance factor, Quality, Fiability, Metrology, Vol. XXXVI, nr. 5-6, 1989;
- [12] M.Simionescu, A.Seucan, Optical Quantities laboratory-Steps in the MRA process, Proceedings of the international Conference INM – 50 Years, Vol. 2, p.493-498, 2001;
- [13] M.Simionescu, PS 17-08 INM Calibration of spectral transmittance filters;
- [14] ISO Guide to expression of uncertainty in measurement, www.bipm.org;
- [15] J.Bastie, G.Obein, EUROMET PR K 6 report, draft B, www.bipm.org/KCDB;
- [16] SR ISO 17025:2005: General requirements for test and calibration laboratories, ASRO, 2005.

Scientific revue:

Dragoș BOICIUC, Scientific Researcher I, doctor engineer, Director of the National Institute of Metrology, e-mail dragoș.boiciuc@inm.ro

About the authors:

Mihai SIMIONESCU, doctor inginer, Scientific Researcher II, Head of Optical Quantities laboratory at the National Institute of Metrology, e-mail mihai.simionescu@inm.ro

Amadeu SEUCAN, Scientific Researcher II at the National Institute of Metrology, e-mail amadeu.seucan@inm.ro