

SISTEMA DE MEDICIÓN POLARIMÉTRICO, CALIBRACIÓN Y COMPARACIÓN CON PLACAS DE CUARZO DE CONTROL.

Fajer¹ V., Valencia² G., Pedro³ S., Ravelo¹ J., Mora¹ W., Valdivia³ R., López¹ J. y Fernández¹ H.

¹Centro de Aplicaciones Tecnológicas y Desarrollo Nuclear. (CEADEN)

Calle 5ta. y 30 Miramar. Playa. C. Habana. Cuba.

Tel: (537) 22 14 22, Fax: (537) 22 15 85 e-mail: vfajer@ceaden.edu.cu, vfajer@ff.oc.uh.cu

²Centro de Metrología de México. (CENAM).

km 4,5 Carretera a los Cués, Mpio. El Marqués, Querétaro, México.

Tel: 52(4)2110554, Fax: 52(4)210553 e-mail: gvalencia@cenam.mx

³Instituto de Metrología de Cuba. (INIMET)

Consulado 206.C.Habana. Cuba.

Tel: (537) 633041, Fax: (537) 676966 e-mail: inimet@ceniai.inf.cu

Resumen: En el presente trabajo se describe un sistema polarimétrico de medición constituido por 2 polarímetros láser automáticos, su calibración con placas del INIMET y la comparación de las mediciones con placas de cuarzo procedentes del CENAM. La concepción del sistema consiste en un instrumento específico para el intervalo de medición de $\pm 2,000^\circ$ y otro de mayor giro de $-6,000^\circ$ a $+32,000^\circ$ con tecnología desarrollada en el CEADEN. La calibración del sistema se realizó con 7 placas de cuarzo del INIMET medidas en el año 2001 por el Instituto Mendeleiev de Rusia, certificadas con una incertidumbre de $0,004^\circ$ para un factor de cobertura de $k=3$ y 7 placas de cuarzo del CENAM trazables al Instituto de Metrología de Alemania PTB con una incertidumbre de $0,006^\circ$ para un factor de cobertura de $k=2$.

INTRODUCCIÓN

Los polarímetros automáticos constituyen instrumentos analíticos que tienen un uso difundido en los laboratorios azucareros. En la actualidad estos han ampliado su campo de aplicación al aumentar la exactitud, confiabilidad y sensibilidad con relación a los polarímetros visuales [1], [2], [3].

La introducción del láser como fuente luminosa en los polarímetros automáticos, garantiza una alta monocromaticidad, una elevada intensidad luminosa, mayor transparencia de las soluciones a esta longitud de onda y un tiempo de vida superior a las 20 000 h.

La polarimetría automática con efecto Faraday ha sido un área de desarrollo importante en la óptica cubana; varias versiones de polarímetros han sido utilizadas en las investigaciones [1] e introducidos en la industria farmacéutica y azucarera para el control de la producción y la calidad del producto final. El aseguramiento metrológico de la magnitud polarimétrica requiere de intercomparaciones que garanticen la trazabilidad de la magnitud entre los países donde la misma presenta un interés económico y científico técnico. En el presente trabajo se muestra un sistema polarimétrico desarrollado en el CEADEN que fue calibrado por

parte del INIMET e intercomparado con placas de cuarzo del CENAM.

La estrategia de utilizar 2 instrumentos consiste en disminuir la incertidumbre de la medición en el intervalo de giros pequeños aprovechando las características del sistema magneto-óptico empleado.

DESCRIPCIÓN DEL SISTEMA POLARIMÉTRICO DE MEDICIÓN

El sistema polarimétrico está proyectado sobre la base del principio magneto-óptico de medición [1], [4]. La concepción del sistema consiste en un instrumento específico para el intervalo de medición de $\pm 2,000^\circ$ y otro de mayor giro de $-6,000^\circ$ a $+32,000^\circ$ con tecnología desarrollada en el CEADEN.

La Fig. 1 representa el esquema en bloques del principio concebido. El mismo está constituido por un láser de He-Ne de 2 mW como fuente de luz 1, una lámina polarizadora 2, una celda compensadora 3 en cuyo núcleo tienen lugar reflexiones múltiples, una cámara de muestras 4, una celda de Faraday 5 trabajando como modulador, una lámina analizadora 6, un fotosensor 7 constituido por un fotomultiplicador del tipo 931A, un amplificador de

ganancia controlada 8, un sistema de filtros 9, un detector de fase 10 que sirve para determinar el instante en que se produce la compensación, un

circuito de muestreo y retención 11 que sensa la caída de tensión en la resistencia 19 y un conversor análogo-digital 12 de 14 bits [4].

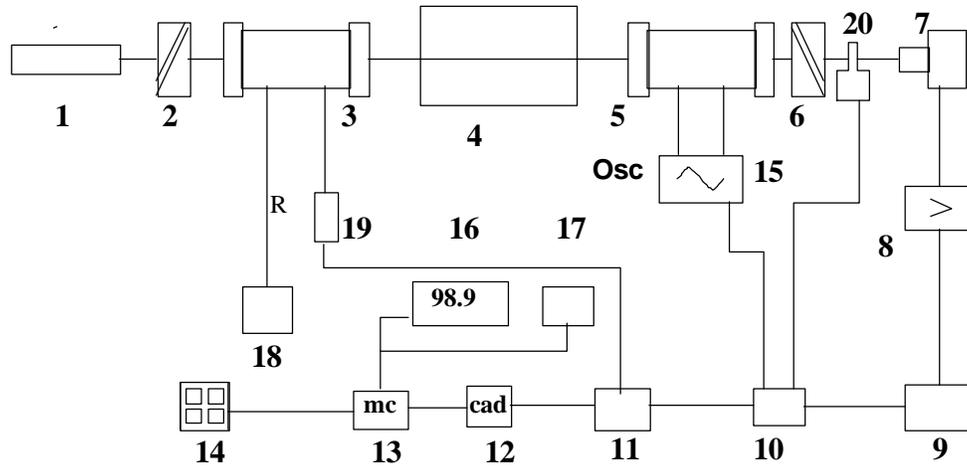


Fig. 1. Esquema en bloques del principio de trabajo.

El sistema dispone además, de una microcomputadora 13 a partir del microprocesador Z80, un teclado 14 para el control y entrada de datos al sistema, un oscilador con amplificador de potencia 15 que alimenta la celda moduladora y como salidas una pantalla visualizada de 4 ½ dígitos 16 y un impresor 17. Cuenta también el equipo con una fuente de corriente 18 y una resistencia 19 donde se mide la caída de tensión que es proporcional al giro producido por la celda compensadora. Adicionalmente el instrumento dispone del dispositivo 20 que incluye 2 placas de

cuarzo de un valor aproximado de $-40,0 \text{ }^\circ\text{Z}$ cada una, el cual permite cubrir todo el intervalo de medición, disminuyendo apreciablemente la potencia de la celda compensadora. La fuente de corriente 18 suministra pulsos de corriente en forma de rampas con descansos entre pulsos. Este sistema presenta la ventaja de evitar el calentamiento indeseable del núcleo de la celda Faraday 3, lo cual facilita el empleo de celdas compensadoras de tamaño reducido. En la Tabla 1 se presentan las características técnicas del sistema de medición empleado.

Características técnicas	LASERPOL 4	LASERPOL 101M
Fuente de luz	Láser de He-Ne	Láser de He-Ne
Potencia del láser	2 mW	2 mW
Longitud de onda nominal	632,8 nm	632,8 nm
Longitud máxima óptica	200 mm	100 mm
Compensador	Efecto Faraday y placas de cuarzo	Efecto Faraday
Detector	Fotomultiplicador Burle 931A	Fototransistor de silicio
Escala en grados	de $-6,000^\circ$ a $+32,000^\circ$	de $-2,000^\circ$ a $+2,000^\circ$
Escala en grados sacarimétricos	$-20,00$ a $105,00 \text{ }^\circ\text{Z}$	$-105,00$ a $105,00 \text{ }^\circ\text{Z}$
Tiempo de medición	Menor de 13s	Menor de 8s
Linealidad	$0,003^\circ$	$0,003^\circ$
Mínimo de transmisión de la muestra	1,0 %	8,0 %
Exactitud	$\pm 0,005^\circ$	$\pm 0,003^\circ$
Termómetro	Digital AD590	No tiene.

Tabla 1. Características técnicas del sistema

El esquema descrito es aplicable totalmente al LASERPOL 4, en el caso del LASERPOL 101M no se incluye el mecanismo de extensión de escala; se utiliza como fotosensor un transistor de silicio y en las celdas sólo se realiza un simple recorrido.

CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE.

El cálculo de la incertidumbre se realizó de acuerdo a la Guía para estimar la incertidumbre de la medición [5], [6]. El sistema estadístico utilizado tuvo como objetivo el cálculo de la Incertidumbre expandida.

Elección de los materiales de referencia.

Como materiales de referencia se utilizaron 14 placas de cuarzo de las cuales 7 de las mismas pertenecientes al CENAM y las otras 7 al INIMET. Fueron medidas 14 placas de cuarzo en el polarímetro automático LASERPOL 4 y 4 de estas placas en el LASERPOL 101M.

Tamaño de la muestra

Se realizaron 40 mediciones de cada placa y teniendo en cuenta que cada señal en el visualizador de los instrumentos es el promedio de 13 mediciones, se concluye que nos hemos aproximado rigurosamente a la distribución normal del giro óptico como variable aleatoria.

Procesamiento estadístico, especificando el aporte de cada elemento

Teniendo en cuenta que las mediciones de la magnitud de entrada son obtenidas a partir de observaciones repetidas, bajo condiciones de repetibilidad (incertidumbre tipo A) se realiza la estimación de la misma a través del cálculo del promedio y la desviación típica s . Para la obtención de la incertidumbre estándar se emplea la siguiente expresión: $s/(n)^{1/2}$, donde n es el número de mediciones.

Por otra parte las fuentes de incertidumbre tipo B son cuantificadas usando información externa u obtenida por experiencia (6), entre ella consideramos:

- La resolución de los dos polarímetros es de $0,001^\circ$ y considerando una distribución

cuadrada su aporte es de la forma $r/(12)^{1/2}$, donde r es la resolución.

- El aporte a la incertidumbre debido a la incertidumbre de las placas es de la forma i/k , donde i es la incertidumbre reportada y k el factor de cobertura.
- En el caso de la temperatura se toma el aporte de la resolución del termómetro ($0,1^\circ\text{C}$) y como es una magnitud correlacionada con el giro, su aporte a la incertidumbre de la medición (6) se calcula a través de:

$$\alpha_t = [1,0 + 0,000143 (t-20)] \alpha_{20} \quad (1)$$

donde: α_t es la medición hecha a la temperatura t y α_{20} es el valor nominal de la placa a la temperatura de 20°C) se halló el diferencial respecto a t y se obtuvo el resultado siguiente:

$$U_t = 0,000143 \cdot 0,1 \cdot \alpha_{20} \quad (2)$$

La incertidumbre expandida se calculó como la suma geométrica de todos los aportes con un factor de cobertura $k=2$.

Por tanto la expresión general empleada asume la forma de:

$$U = k [s^2/(n) + r^2/12 + (i/k)^2 + (0,000143 \cdot 0,1 \cdot \alpha_{20})^2]^{1/2} \quad (3)$$

Análisis de los resultados

En la Tabla 2 se presentan los resultados del cálculo de la incertidumbre para el sistema polarimétrico utilizando las expresiones (1) y (3); los valores se expresan en grados ($^\circ$). De los resultados de las mediciones se obtuvo para el sistema polarimétrico una incertidumbre expandida de $0,0046^\circ$ para el polarímetro LASERPOL 4 y $0,003^\circ$ para el LASERPOL 101M, para un factor de cobertura $k=2$ y un 95 % de confianza

En la Fig. 2 se observan los resultados de la calibración del sistema con las placas de cuarzo del INIMET, las diferencias fueron consideradas al realizar las mediciones del sistema polarimétrico con las placas del CENAM cuyos resultados a su vez se muestran en la Fig. 3.

INIMET - Calibración del sistema (t= 25 °C)			CENAM - Sistema polarimétrico (t= 25 °C)			CENAM -Instrumento del CENAM (t= 20 C)		
V. Nominal	Promedio	U Expandida	V. Nominal	Promedio	U Expandida	V. Nominal	Promedio	U Expandida
29,743	29,733	0,0047	29,795	29,796	0,0048	29,771	29,773	0,0079
22,553	22,554	0,0070	22,368	22,377	0,0048	22,350	22,3525	0,0078
14,682	14,681	0,0055	14,914	14,922	0,0045	14,899	14,907	0,0049
7,785	7,783	0,0037	7,749	7,696	0,0047	7,740	7,744	0,0047
3,635	3,608	0,0031	4,769	4,718	0,0046	4,761	4,765	0,0047
0,719	0,710	0,0038	1,954	1,949	0,0042	1,954	1,949	0,0042
-0,717	-0,702	0,0041	1,000	1,002	0,0041	1,000	1,002	0,0041

Tabla 2. Resultados de las mediciones

Fig. 2 Diferencias e incertidumbres obtenidas para la calibración del sistema de medición polarimétrico con placas del INIMET

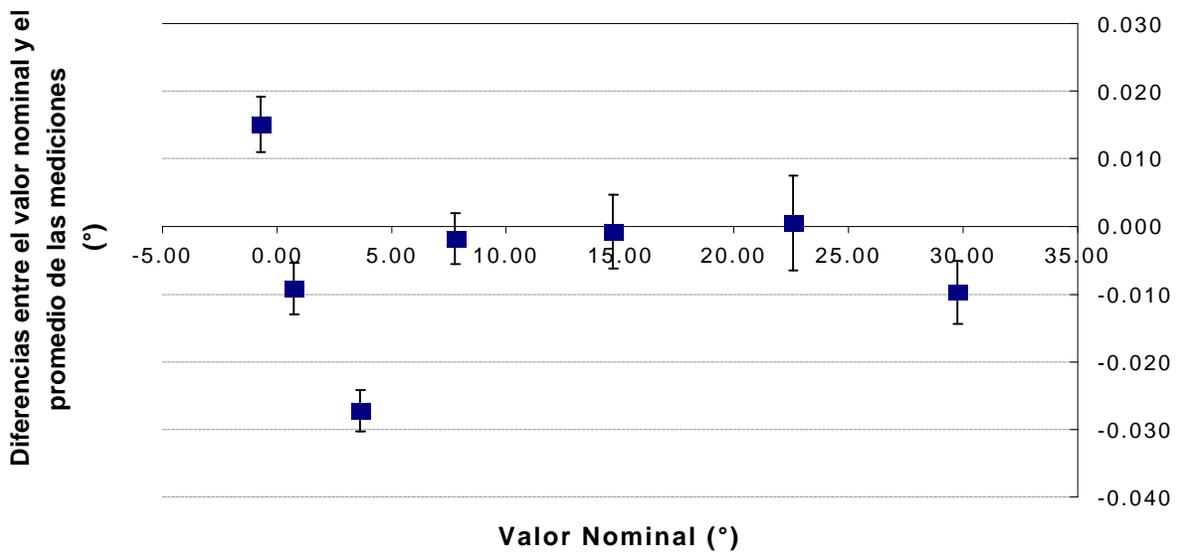
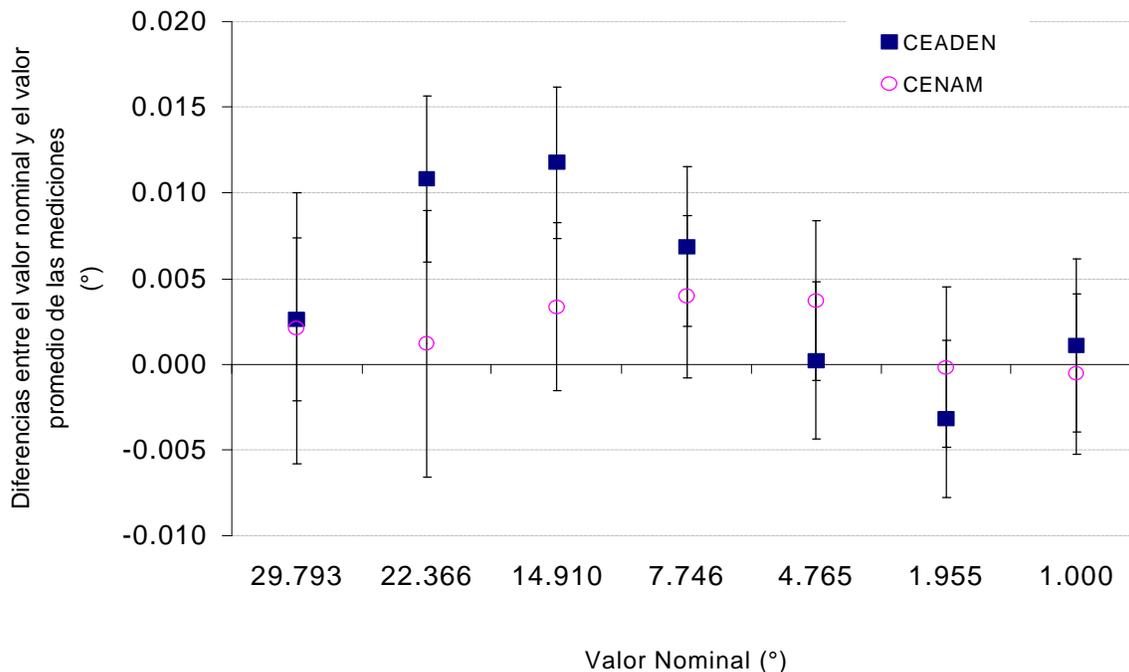


Fig. 3 Intercomparación entre el sistema polarimétrico CEADEN y las placas de cuarzo de referencia del CENAM.



Teniendo en cuenta las incertidumbres calculadas del sistema polarimétrico y las correspondientes a las placas de cuarzo se aprecia una concordancia satisfactoria entre las mediciones y los valores nominales, esto garantiza la trazabilidad de la magnitud polarimétrica. La utilización del polarímetro de alta sensibilidad con una incertidumbre de $0,003^\circ$ mejora la exactitud del sistema en el intervalo de medición menor a $2,000^\circ$.

CONCLUSIONES

- Se determinó la incertidumbre expandida del sistema de medición polarimétrico láser basado en el principio magneto-óptico y la trazabilidad de sus mediciones con el CENAM y el INIMET, que a su vez lo son con el PTB y el Instituto Mendeleiev. Esto permite su utilización como medio de referencia.
- El empleo del polarímetro de pequeño giro permitió disminuir la incertidumbre a $0,003^\circ$ en su intervalo de trabajo, lo que constituye una solución viable para mejorar la exactitud de la medición en esta zona de la escala.

REFERENCIAS

- [1] Fajer V., Laser polarimeters: Overview of recent developments, design and applications, Journal of laser Applications No. 8, 1996, pp 43-53.
- [2] Grisham J., Clarke F., Christensen C. and Stensby J., Modulated high sensitivity infrared polarimeter USA Patent 5, 1993, pp 210, 417.
- [3] Rosenzweig Z., Yeung E., Laser based double-beam circular dichroism detector of liquid chromatography, Appl. Spectrosc. 47 (12), 1993, pp 2017-21.
- [4] Fajer V., Duarte N., López J.C., Torres R., Colomé T., Combarro A., Díaz J.L., Electronic polarimeter. U.K Patent. GB2286244A, 1998.
- [5] Schmid W., Lazos R. J., Guía para estimar la incertidumbre de una medición, Publicación Técnica CNM-INC-PT-001, Qro. México, 2000, pp 27.
- [6] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML (1995).
- [7] Keitel J. (1997): Polarimetry and Quartz Plates, Subject 4. Proceedings of ICUMSA, pp.