



Validação do método de determinação da temperatura na placa de quartzo no polarímetro do Laopt

Validation of the method for determining the temperature on the quartz plate in the Laopt polarimeter

M B Guedes e A P D Alvarenga

Laboratório de Aplicações Ópticas, Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia, Duque de Caxias, 25250-020, Brasil

mbguedes@inmetro.gov.br; adalvarenga@inmetro.gov.br;

Resumo. Foi realizado um estudo da influência da posição do sensor de temperatura na leitura da temperatura da placa de quartzo para a determinação do valor da rotação óptica medida e recalculada para 20,00 °C. Dois sensores foram posicionados nas proximidades da placa de quartzo e seis séries de medições de ângulo de rotação do plano de polarização foram realizadas. A incerteza de medição foi determinada e os resultados foram comparados, validando o método de determinação da temperatura na placa.

Abstract. A study of the influence of the position of the temperature sensor on the temperature reading of the quartz plate was carried out to determine the value of the optical rotation measured and recalculated to 20.00 °C. Two sensors were positioned close to the quartz plate and six series of measurements of the angle of rotation of plane of polarization were performed. The measurement uncertainty was determined and the results were compared, validating the method of determining the quartz plate temperature.

1. Introdução

O Laboratório de Aplicações Ópticas (Laopt), da Divisão de Metrologia Óptica do Inmetro montou um sistema de medição de ângulo de rotação de plano de polarização aplicado à calibração polarimétrica de placas de controle de quartzo, as quais são padrões de transferência utilizados pela indústria e serviços metrológicos na calibração de sacarímetros e polarímetros. O serviço oferecido pelo Laopt é baseado na norma da Icumsa [1], internacionalmente seguida pelo setor sucroenergético. O polarímetro está detalhadamente descrito na referência [2]. É um sistema montado com componentes ópticos e optomecânicos e equipamentos nacionais e importados, automatizado com programação em LabVIEW desenvolvida no laboratório. O Sistema da Qualidade foi implantado e o serviço é rotineiramente realizado para clientes.

Frequentemente são realizados estudos de máquina no sistema do polarímetro. Os resultados servem para atualizar a caracterização do polarímetro, revalidar métodos e procedimentos e investigar fatores de influência para a incerteza de medição. A rotação óptica é uma grandeza que depende principalmente do comprimento de onda da radiação incidente no material e da temperatura. Neste artigo, relatamos um estudo para determinar uma possível diferença entre os resultados de medição do ângulo de rotação do plano de polarização dependendo de onde está localizado o sensor de temperatura que mede a temperatura na placa.

2. Montagem experimental

O polarímetro está mostrado na foto e esquema na figura 1, com os componentes numerados: da direita para a esquerda, a radiação do laser estabilizado (1) atravessa um isolador óptico (2) e o polarizador de entrada fixo (3), iris (4), a seguir atravessa o conjunto de câmaras porta-amostra A (7) e B (8), iris (12) e atravessa o polarizador girante (13), incidindo finalmente no fotodetetor (14). As placas de quartzo são montadas dentro de tubos porta-amostra os quais são inseridos dentro das câmaras A e B termalizadas por um banho de água circulante termostatizado. A câmara B possui um padrão fixo, medido para fins de controle da qualidade. A câmara A contém a placa em calibração; o tubo possui uma engrenagem conectada a um motor-de-passo (fonte e drive em 5) que o faz girar dentro da câmara. As câmaras são montadas em suportes com posicionadores que permitem o alinhamento das placas de quartzo em relação ao feixe de laser, e são montadas em uma plataforma que por sua vez é movida por um estágio linear motorizado (6) interfaceado ao computador, e assim, as câmaras podem ser movimentadas perpendicularmente ao feixe do laser, de forma a posicioná-las na frente ou fora do caminho do laser. Dentro das câmaras termalizadoras estão sensores de temperatura de alta precisão, termistor, localizados em um poço vertical (9 e 10), e à profundidade tal que fique o mais próximo possível da posição em que se encontra montada placa dentro do porta-amostra. Um sensor termistor especial para ar mede a temperatura próxima à câmara A (11).

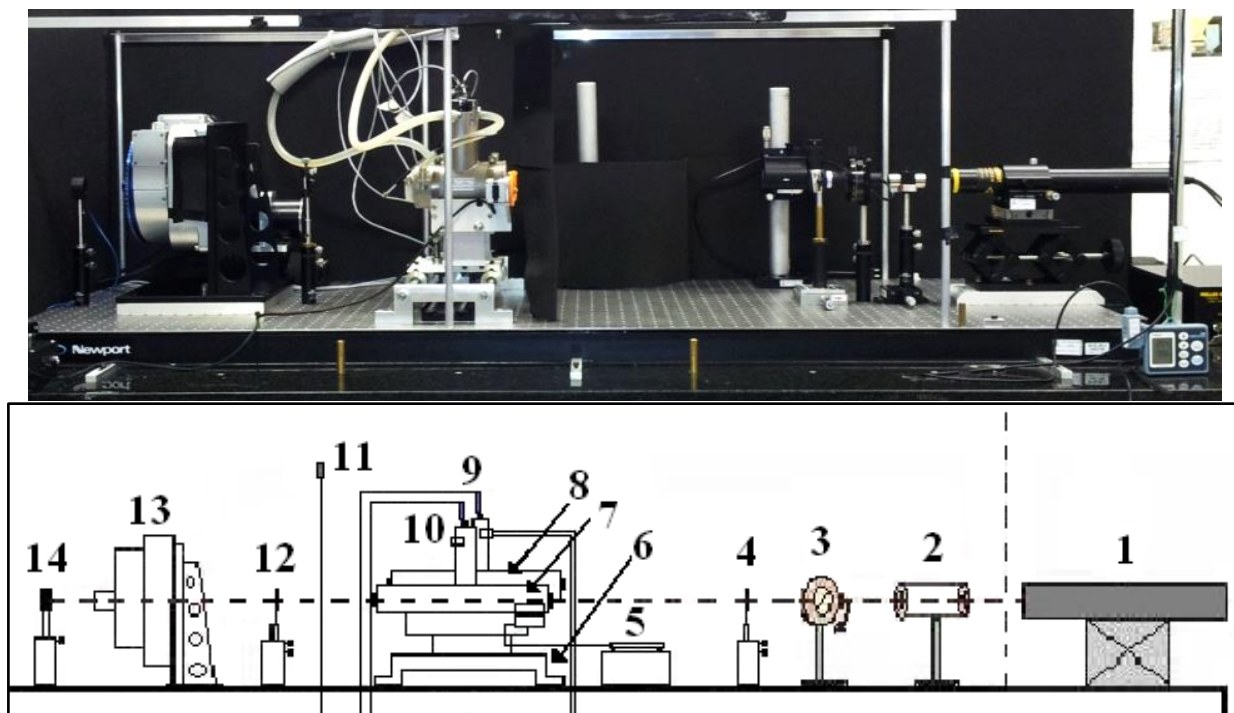
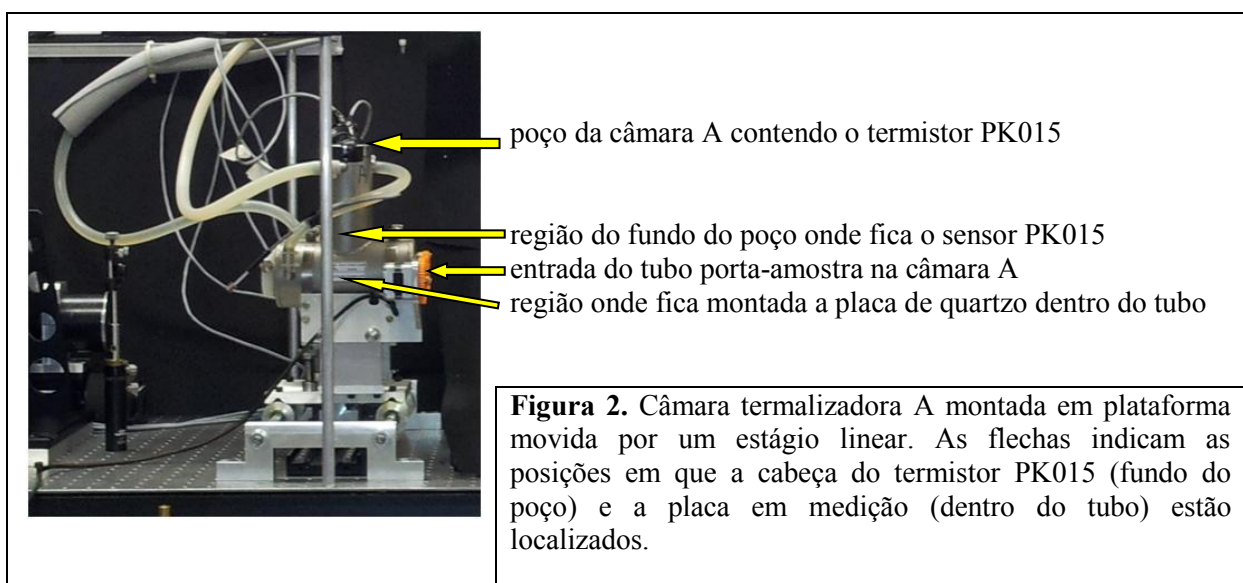


Figura 1. Foto do polarímetro com a cobertura removida e abaixo, o esquema com os componentes numerados discriminados no texto.

O polarímetro funciona pelo princípio do analisador girante: a diferença de posição angular entre os mínimos determinados com o laser percorrendo apenas polarizador e analisador e com o laser atravessando a placa, resultam no valor de ângulo de rotação do plano de polarização. Programas em LabVIEW desenvolvidos e validados no laboratório comandam os movimentos, adquirem e analisam os dados do processo de calibração.

De acordo com a Icumsa [1], o valor do ângulo de rotação da placa deve ser fornecido à temperatura padrão de 20,00 °C. Para isto, o valor de rotação medido é calculado utilizando-se o valor medido de rotação e da temperatura na placa durante a medição. O sistema de termalização já havia sido caracterizado previamente, quando foram realizados extensos testes comparando as temperaturas na câmara e poço e ar em volta do polarímetro [3]. Posteriormente, foi realizado um estudo revalidando a equação utilizada para o cálculo da rotação em 20,00 °C [4].

Numa medição de calibração de padrão de quartzo, o tubo contendo a placa gira dentro da câmara A, portanto não é possível montar um termistor permanentemente em contato com a placa. Para isso, o modelo de câmara termalizadora contém um poço vertical internamente reproduzindo os materiais do tubo, onde a mesma água circula em volta deste poço, onde o termistor fica posicionado à menor distância da placa. O objetivo deste estudo foi aprofundar a investigação sobre a influência da posição do sensor de temperatura no valor da rotação calculada. Com essa finalidade, foram realizadas medições da rotação de uma placa de quartzo onde a leitura da temperatura foi feita simultaneamente por um outro sensor montado dentro do tubo porta-amostra (termistor PK019) e quase em contacto com a placa, e pelo que fica alojado dentro do poço da câmara A (termistor PK015). A figura 2 mostra a câmara A e as posições onde ficam placa e sensor PK015. A figura 3 (a) mostra a montagem do termistor PK019 dentro do tubo onde é montada a placa de quartzo, mostrada em 3 (c); em 3 (b) o esquema mostra o tubo com a placa montada e o feixe do laser atravessando o conjunto. O diâmetro do feixe laser foi determinado por medição [5] sendo $(1,579 \pm 0,003)$ mm. Após a montagem do sensor PK019 e placa no tubo e inserção na câmara, esta foi cuidadosamente realinhada de forma a que o laser atravessasse o conjunto sem sofrer espalhamento pelas paredes do tubo ou cabeça ou fio do sensor. O estágio linear permite um posicionamento com passos repetitivos da ordem de 0,01 mm. Para estudar a influência da leitura da temperatura somente, outras influências devidas à homogeneidade da placa foram minimizadas desligando-se o motor-de-passo e realizando-se as medições numa mesma região da placa. Esse efeito de homogeneidade foi relatado em [6].



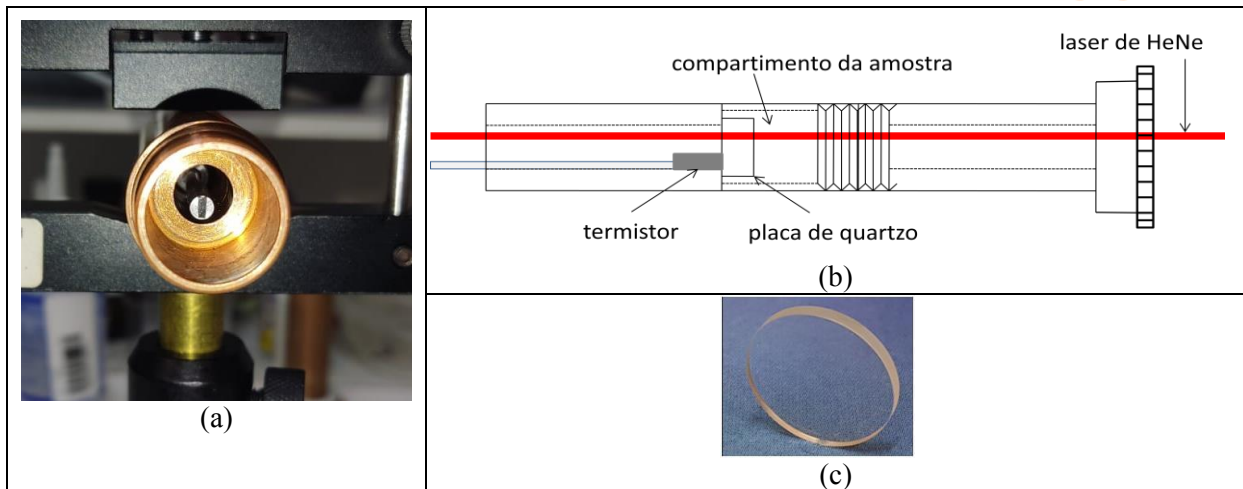


Figura 3. (a) termistor PK019 fixado dentro do tubo porta-amostra o mais próximo possível da posição em que a placa será montada. (b) esquema (fora de escala) mostrando o tubo (3a) porta-amostra com a placa montada, o termistor PK019 quase em contato e o laser atravessando. (c) placa de controle de quartzo.

3. Procedimento de medição

Previamente às medições de rotação óptica, foram realizadas medições de temperatura no tubo porta-amostra com ambos os termistores PK015 e PK019 posicionados o mais próximo possível um do outro, na posição em que a placa foi posteriormente montada (na figura 3a é mostrada a montagem do PK019). O polarímetro foi fechado com a cobertura isolante, o banho ligado circulando durante 24 h enquanto as temperaturas foram registradas. Foi escolhido um conjunto de dados de um período de cerca de 2 h e foi feita a diferença de leituras e determinado um fator de correção ao sensor PK019 em relação à leitura do sensor PK015. Em seguida, o sensor PK015 foi reposicionado no poço da câmara A, que é a sua posição permanente na montagem do polarímetro (figura 2), e novamente as temperaturas foram monitoradas por um período de 72 h. Foi determinado um outro fator de correção da leitura de temperatura no poço (por PK015) em relação à leitura de temperatura na placa (por PK019).

As medições de ângulo de rotação da placa de quartzo dextrógira IP885 foram realizadas em 5 dias diferentes, em que o banho circulante ficou ininterruptamente ligado. A configuração foi como mostrada nas figuras 2 e 3: placa dentro do tubo porta-amostra com termistor PK019 quase em contato; tubo porta-amostra fixo, sem girar; termistor PK015 no fundo do poço A. Um novo programa em LabVIEW foi desenvolvido para realizar as medições e os cálculos. Cada série de medida é a média de 24 repetições de medidas de ângulo de rotação. Cada uma das 24 medidas individuais de rotação é transformada para o valor de rotação em 20,00 °C utilizando-se as leituras dos sensores PK019 (na placa), PK015 (no poço) e PK015corr (com o fator de correção devido à posição) realizadas no momento das medições. As médias de cada série são feitas com os valores transformados para 20,00 °C.

4. Análise dos resultados

Com a finalidade de obter um fator de correção para a calibração de PK019 em relação a PK015, foram realizadas medições de temperatura com ambos os termistores montados lado a lado dentro do tubo porta-amostra, na posição em que a placa será depois montada (como na figura 3a, mas nesta apenas o PK019 está mostrado). A figura 4 (a) mostra estes resultados de 2 h de medição; em 4 (b) está o histograma das diferenças dessas leituras, as quais geraram o fator de correção para a leitura de

PK019, considerando o PK015 como referência. A correção é o valor médio calculado das diferenças, a qual resultou no valor 0,000564 °C.

No passo seguinte, o sensor PK015 foi recolocado em sua posição padrão no poço e foram realizadas medições de temperatura durante um período de 24 horas, com a finalidade de obter um fator de correção devido à posição de PK015 não ser exatamente colada à placa. A figura 5 (a) mostra as medidas de PK019 montado na posição da placa (como na figura 3a), já com a correção de calibração anterior no valor 0,000564 °C, e PK015 no poço (figura 2). A figura 5 (b) mostra o histograma da diferença entre as leituras, a qual gerou o fator de correção devido à posição, que foi calculado como a média dessas diferenças: -0,0000347 °C.

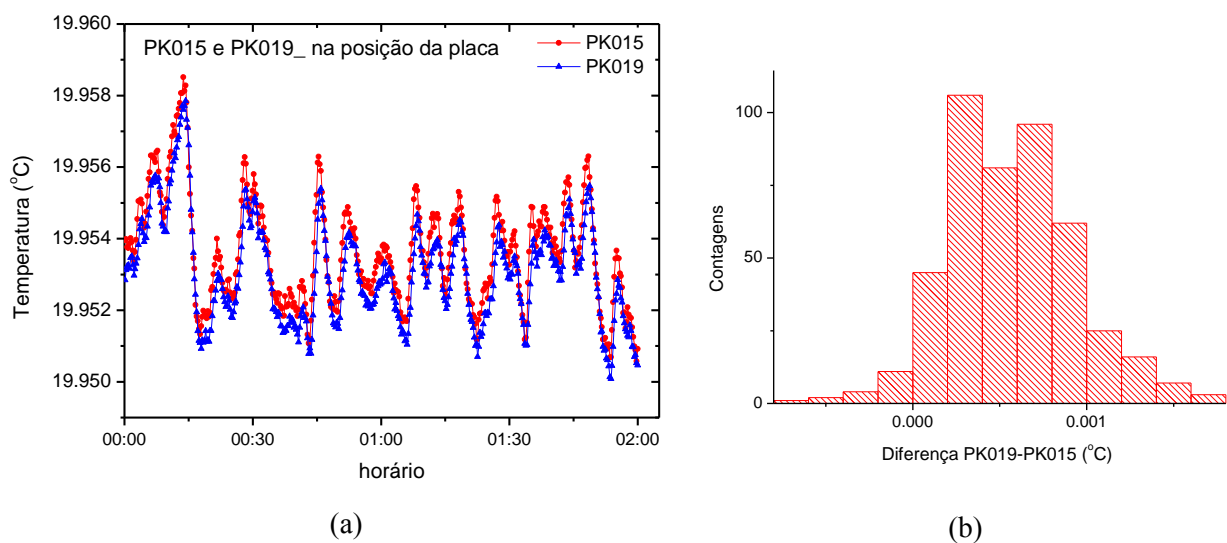


Figura 4. (a) medidas de temperatura na posição da placa adquiridas pelos sensores PK019 e PK015. (b) histograma das diferenças nas leituras.

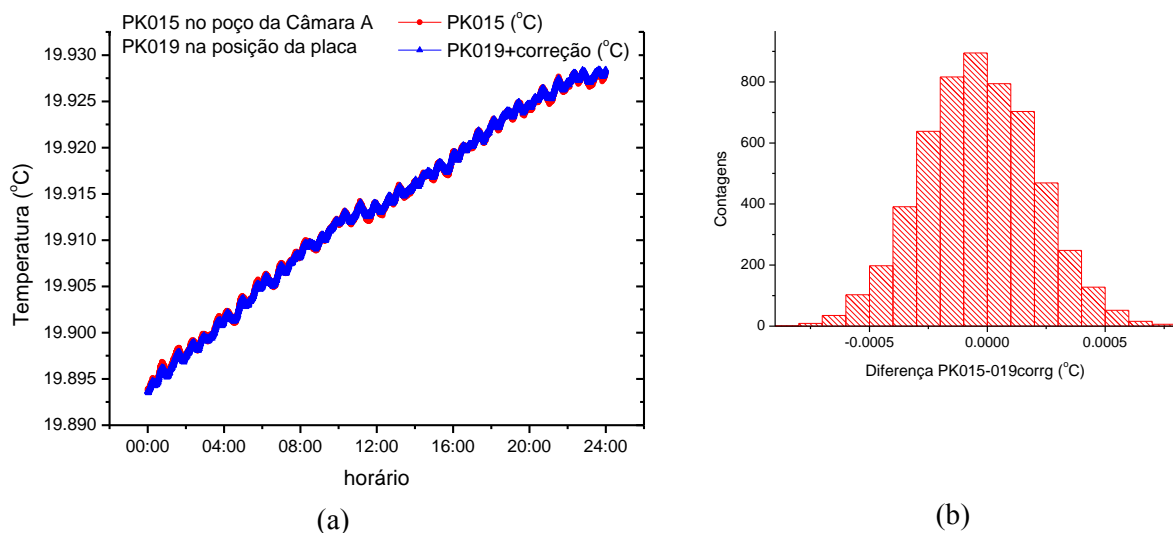


Figura 5. (a) Monitoramento de 24 h das temperaturas na placa (PK019 corrigidas) e no poço da câmara A (PK015). (b) histograma das diferenças.

A incerteza de medição foi determinada de acordo com o GUM [7], quando foi feita a caracterização metrológica do polarímetro, e está resumida na tabela 1. A rotação óptica é dependente da temperatura na amostra e do comprimento de onda da radiação incidente. A radiação utilizada é a de comprimento de onda 632,9909836 nm de um laser estabilizado de HeNe calibrado no Inmetro; os termistores são periodicamente calibrados no Inmetro.

A incerteza padrão combinada é: $u_c^2 = u_{Repet}^2 + u_{laser}^2 + u_{Temp}^2$. Após calcular os graus de liberdade efetivos, o fator de abrangência k é calculado a partir do inverso da distribuição *t-Student* para uma confiabilidade de 95,45%. A incerteza expandida é a incerteza padrão combinada multiplicada pelo fator de abrangência, $U = k \times u_c$. Os resultados das medições estão apresentados na tabela 2. Cada série corresponde à média 24 medições de ângulo de rotação do plano de polarização em graus angulares, convertidas para rotação em 20,00 °C conforme a leitura do sensor PK019, PK015 (sem correção do fator de posição) e PK015 considerando a correção do fator posição. A incerteza expandida, U , calculada para cada série apresenta o mesmo valor, de forma que estão em uma única coluna. Na última linha foi feita a média das medidas em todas as séries, totalizando 124 medidas, realizadas em cinco dias diferentes, e também foi calculada a incerteza expandida U , na última célula à direita.

Tabela 1: Balanço de incerteza de medição de ângulo de rotação nas placas de quartzo.

(x_i)	Fonte	Tipo	Origem	$u(x_i)$ (°)
u_{Repet}	alinhamento da placa e repetibilidade	A normal	desvio-padrão das medições de ângulo de rotação da polarização em 20°C	(depende do mensurando)
u_{laser}	incerteza no comprimento de onda do laser	B normal	certificado de calibração	$-2,18 \times 10^{-7}$
u_{Temp}	incerteza na calibração do sensor de temperatura	B normal	certificado de calibração	$1,08 \times 10^{-5}$

Tabela 2. Valores médios das medidas de rotação α_{sensor} e desvio padrão σ da placa de quartzo IP885, em 20,00 °C e em 633 nm.

Série de medições	α_{PK019} (°)	σ (°)	α_{PK015} (°)	σ (°)	$\alpha_{PK015corr}$ (°)	σ (°)	$U, k = 2$ (°)
1	29,7937	0,0003	29,7937	0,0003	29,7937	0,0003	0,0006
2	29,7931	0,0003	29,7931	0,0003	29,7931	0,0003	0,0006
3	29,7930	0,0004	29,7930	0,0004	29,7930	0,0004	0,0008
4	29,7951	0,0003	29,7951	0,0004	29,7951	0,0004	0,0007
5	29,7951	0,0004	29,7951	0,0004	29,7951	0,0004	0,0008
6	29,7944	0,0004	29,7944	0,0004	29,7944	0,0004	0,0008
Média	29,7941	0,0009	29,7941	0,0009	29,7941	0,0009	0,0018

Como pode ser visto nos resultados na tabela 2, os valores de média e desvio-padrão das rotações convertidas para a temperatura de 20,00 °C, obtidas pelos três métodos diferentes, são coincidentes dentro de cada série de medições. Ou seja, considerando as medições com um sensor de temperatura em contato com placa (PK019), ou no poço (PK015 sem e com correção), levam ao mesmo valor de rotação do plano de polarização convertido para 20,00 °C, considerando a dispersão e também a incerteza expandida. Como a correção de leitura de temperatura devida à posição é da ordem de centésimos de milésimo de graus centígrados, ou seja, um valor muito menor do que a incerteza de calibração dos termistores (a qual é $u_T = (0,0025)$ °C fornecida no certificado de calibração), podia-se considerar que a diferença de posição do sensor de temperatura não afetaria os resultados de conversão da medição de rotação da polarização, e assim, este fato se comprovou neste experimento.

A figura 6 mostra os resultados da tabela 2 com mais clareza. As barras de erro são os respectivos desvios-padrão de cada série de medições. Como pode ser visto, dentro de cada série de medições, são coincidentes os valores de conversão da rotação da polarização para a rotação na temperatura de 20,00 °C, obtidos com as leituras das temperaturas na posição da placa (com PK019), no poço da câmara A (com PK015) com e sem a correção devida à diferença de posição poço-placa. Esses valores coincidem, considerando o desvio-padrão e as incertezas calculadas.

Na figura 6, considerando a reprodutibilidade, isto é medições de séries em dias diferentes, observa-se um padrão de dispersão semelhante ao obtido quando se usa o motor-de passo para girar a placa, com o laser incidindo no centro da placa, como discutido na referência [6]. Essa dispersão é atribuída à pequenas diferenças na placa, que é constituída por um cristal de quartzo natural. A função de girar a placa é levar em consideração o fator homogeneidade. Nesta montagem experimental com a placa fixa, a reprodutibilidade da região em que o laser incide é garantida na mesma série, onde as medições são realizadas após um período de estabilização do laser; a repetibilidade leva em conta também o reposicionamento pelo estágio linear. No fim do dia o laser é desligado e ligado no dia seguinte: aventa-se a possibilidade de o feixe do laser incidir em uma região imperceptivelmente diferente aos olhos do operador, porém com os efeitos medidos conforme a figura 6. Dessa forma, a reprodutibilidade, medida através da média das 124 medições (última linha da tabela 2), resulta numa incerteza expandida maior do que as incertezas expandidas das séries de 24 repetições em cada dia.

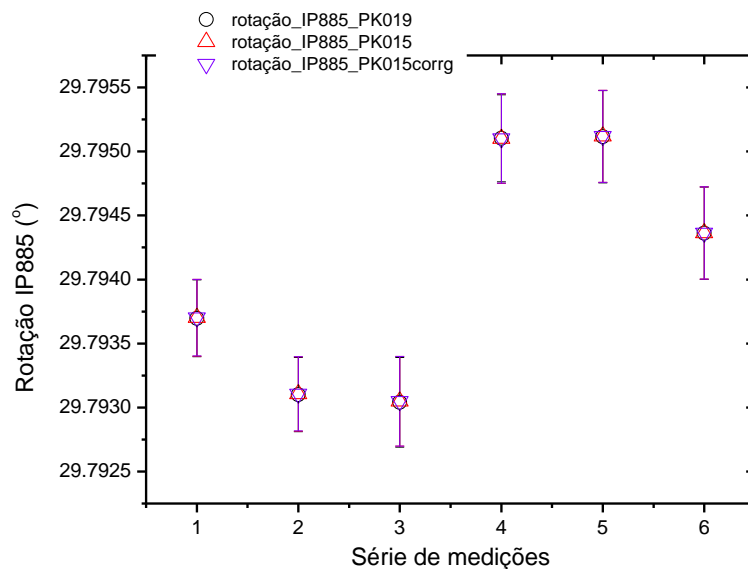


Figura 6. Valores de rotação óptica em 20,00 °C, em um ponto da placa de controle de quartzo IP885, determinados com leituras de temperatura realizadas na posição da placa (bolinhas azuis), no poço da câmara termalizadora (triângulo vermelho), e considerando uma correção devida à diferença de posição (triângulo azul).

Os resultados dessas medições comprovam que os valores de rotação determinados com leituras de temperatura dentro do poço da câmara termalizadora com o banho circulando, mesmo sem correção de posição, são equivalentes aos realizados caso houvesse um sensor dentro do tubo, quase em contato com a placa. Lembrando ainda que durante as calibrações o tubo gira dentro da câmara, impossibilitando esta montagem. Este estudo revalida o método de montagem experimental para a determinação de temperatura na placa de quartzo sob calibração no serviço oferecido pelo Laopt.

5. Conclusões

Foi realizado um estudo experimental para investigar a influência da posição, dentro do sistema de termalização, do sensor de temperatura no resultado do valor determinado em 20,00 °C do ângulo de rotação do plano de polarização em placas de controle de quartzo. As medições de temperatura realizadas por um sensor de temperatura, montado quase tocando a placa (PK019), e outro, montado dentro do poço da câmara de termalização (PK015), resultaram em valores de rotação óptica equivalentes, dentro da incerteza de medição, descartando a necessidade de um fator de correção devido à posição do sensor. Este estudo revalida o método de determinação de temperatura na placa de quartzo montada dentro de um tubo porta-amostra inserido dentro de uma câmara termalizada por um banho termostatizado de água circulante, no polarímetro onde é realizado o serviço de calibração polarimétrica de placas de controle de quartzo oferecido pelo Laopt.

Referências

- [1] *Polarimetry and the International Sugar Scale - Official; ICUMSA Method SPS-1* (2017)
- [2] Rastreabilidade em calibrações de placas de controle de quartzo. Marcelo B Guedes e Ana P D Alvarenga. Anais da conferência Metrologia 2017/CBMO, 26 a 29 de novembro, Fortaleza, CE
- [3] Realização de testes para a caracterização metrológica do polarímetro de referência para calibração de placas de controle de quartzo”. Bruno da Silva Gomes. 2011. Monografia apresentada no curso Técnico em Metrologia do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – Inmetro, Secretaria Estadual de Educação do Estado do Rio de Janeiro - SEEDUC-RJ e Colégio Estadual Círculo Operário - CECO, como parte dos requisitos para obtenção do título de Técnico em Metrologia
- [4] Medição da rotação óptica em placas de controle de quartzo em função da temperatura. G.L. Ferreira, M.B. Guedes, L.P. Souza, N.C.E. Pereira, A.P.D Alvarenga; 8º Congresso Brasileiro de Metrologia - Metrologia 2015, Bento Gonçalves, Brasil
- [5] *Measurement of the beam diameter at the polarimeter for quartz control plate calibration*; Marcelo B Guedes and Ana Paula D Alvarenga 2019 *Journal of Physics Conference Series* 1826(1):012062
- [6] *Validation of an automated sample-turning setup for measuring the optical rotation of quartz control plates*. Marcelo B Guedes e Ana Paula D Alvarenga. Artigo publicado no IV Congresso Brasileiro de Metrologia Óptica (CBMO), out. 2021
- [7] Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição -. Tradução da 1ª edição de 2008 da publicação *Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement – GUM 2008*, do BIPM. Duque de Caxias - RJ, 2012