

Rastreabilidade em calibrações de placas de controle de quartzo

Traceability on quartz control plate calibrations

Marcelo B Guedes, Ana P D Alvarenga

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

E-mail: mbguedes@inmetro.gov.br

Resumo: Neste artigo é apresentado o polarímetro de referência do Inmetro, em que é realizado o serviço de calibração de padrões de transferência para a calibração dos polarímetros e sacarímetros industriais.

Palavras-chave: polarimetria, sacarímetro, rotação óptica, rastreabilidade metrológica, incerteza de medição.

Abstract: Here is presented Inmetro's reference polarimeter, where is realized the calibration service of the transfer standards for industrial polarimeters and saccharimeters calibrations.

Keywords: polarimetry, saccharimeter, optical rotation, metrological traceability, measurement uncertainty.

1. INTRODUÇÃO

Polarímetros e sacarímetros são instrumentos utilizados em vários segmentos da indústria, por exemplo, nos setores sucroalcooleiro, de alimentos e de fármacos, e são utilizados para medir a rotação óptica de substâncias opticamente ativas, como a sacarose, frutose, quartzo cristalino e moléculas quirais.

Todo instrumento de medição precisa ser calibrado por órgãos acreditados para que se tenha confiança e validade em seu resultado e os polarímetros e sacarímetros não fogem a esta necessidade. A Organização Internacional de Metrologia Legal, OIML [1] recomenda que os sacarímetros sejam verificados metrologicamente, que sejam utilizados padrões apropriados para sua calibração, e a metodologia [2] é a

estabelecida pela Comissão Internacional para Métodos de Análise de Açúcar, ICUMSA, uma organização de normalização internacional, com representantes de comitês nacionais dos maiores países exportadores e importadores de açúcar.

O método polarimétrico para calibração de polarímetros e sacarímetros consiste na utilização de placas de controle de quartzo (QCP) como um padrão de transferência, as quais devem ser calibradas em um Instituto Nacional de Metrologia, de acordo com a ICUMSA [2]. Figura 1 mostra uma QCP.

Em 2003 foi realizado no Inmetro um Painel Setorial com o setor sucroalcooleiro, onde foi exposto a necessidade deste setor para rastreabilidade e confiabilidade em suas medições, que têm impacto na classificação do

açúcar para exportações e também na precificação, pois no modelo da fórmula para cálculo de pagamento de açúcar e cana entram fatores como o teor de sacarose [3].



Figura 1. Placa de controle de quartzo.

A Divisão de Metrologia Óptica do Inmetro, através de uma colaboração [4] com o *Physikalisch Technische Bundesanstalt* (PTB), o Instituto Nacional de Metrologia da Alemanha, desenvolveu o polarímetro de referência, onde é realizado o serviço 8705, Calibração de placas de controle de quartzo em ângulo de rotação da polarização, que calibra as QCP para dar rastreabilidade às medições realizadas por polarímetros e sacarímetros nas indústrias do Brasil [5].

2. O MÉTODO POLARIMÉTRICO

Algumas substâncias são opticamente ativas, as substâncias quirais, ou seja, ao serem atravessadas pela radiação eletromagnética, giram o plano da polarização linear dessa radiação que as atravessa, fenômeno conhecido como rotação óptica. Isto é dependente do comprimento de onda da radiação incidente, da temperatura da substância, e do número de moléculas atravessadas pela radiação. Por isso, há muito tempo foram desenvolvidos polarímetros para medir essa rotação óptica e associá-la à concentração da solução de uma determinada molécula quiral. No caso específico da sacarose, devido à sua importância comercial, foram desenvolvidos polarímetros especiais graduados em uma escala específica, a escala de açúcar, os chamados sacarímetros.

A norma da ICUMSA [2] dispõe as condições normais para as medições sacarimétricas, como o preparo de uma solução normal padrão de sacarose, e seus valores estabelecidos para a escala de açúcar ($^{\circ}Z$), os comprimentos de onda indicados para uso nos sacarímetros, os valores de rotação óptica da solução padrão nesses comprimentos de onda e na escala de açúcar. Esta norma também fornece as equações para calcular os valores esperados de rotação óptica de uma solução normal de sacarose no comprimento de onda padrão, e a equação para transformar esse valor para os outros comprimentos de onda recomendados. As soluções de sacarose não possuem estabilidade química por muito tempo, pois a sacarose se decompõe em frutose e glicose e seu valor de rotação óptica muda, além disso podem ser atacadas por fungos e bactérias, e finalmente, seu preparo é sujeito a muitos fatores que geram incertezas, de forma que um material mais resistente, estável e durável foi escolhido como padrão para calibração: as QCP. Nesta norma também estão estabelecidas as exigências de fabricação das QCP: são discos de quartzo monocristalino, cortados perpendicularmente ao seu eixo óptico com diâmetro de cerca de 16 mm e com espessuras variando entre 0.4 mm e 1.6 mm. Uma QCP normal, com 1.6 mm de espessura, possui uma rotação óptica em 20 °C, sob o comprimento de onda padrão de 546.2271 nm, igual ao de uma solução normal de sacarose preparada nas condições normais [2].

3. O POLARÍMETRO DE REFERÊNCIA

O polarímetro de referência diferencia-se dos polarímetros comerciais por ser um sistema aberto, onde seus componentes foram cuidadosamente escolhidos e metrologicamente caracterizados visando minimizar o impacto das grandezas de influência na incerteza de medição. A concepção foi baseada no polarímetro do PTB, que utiliza o método do analisador girante para medição do ângulo de rotação da polarização da

radiação incidente. Nesta colaboração, QCPs da Diopt foram calibradas no PTB e utilizadas para a caracterização do sistema [6].

Os principais fatores de influência no valor da rotação óptica medida são a temperatura e o comprimento de onda da radiação Incidente. O polarímetro utiliza a radiação de um laser estabilizado de HeNe e sensores de temperatura, calibrados no Inmetro. A figura 2 mostra o polarímetro, que fica dentro de uma cobertura de material isolante térmico e revestido por dentro com e.v.a. preto e fosco. Está montado sobre uma mesa óptica de superpor, e esta sobre uma mesa óptica de granito com base de madeira e suporte de espuma para minimizar vibrações. O laboratório é climatizado por um sistema central, sendo monitorado por um termohigrômetro

calibrado (1). Em (2) está o laser, cuja direção do plano de polarização inicial é fixado pelo polarizador de calcita de entrada (3). Em (4) está o conjunto de duas câmaras termalizadas pelo banho circulante (7) e que contém os tubos porta-amostra para QCP, montadas numa plataforma impulsionalizada por um estágio linear motorizado que as posiciona alternadamente de forma que o laser as atravesse; cada câmara possui um poço onde os termistores de alta resolução são inseridos para monitoramento da temperatura das QCP; próximo às câmaras há outro termistor que mede a temperatura do ar no ambiente do polarímetro. Em (5) está o analisador montado no estágio rotatório, ao qual foi acoplado um encoder óptico de 36 0000 linhas e duas cabeças de leitura e cartão interpolador, para as leituras das posições angulares.

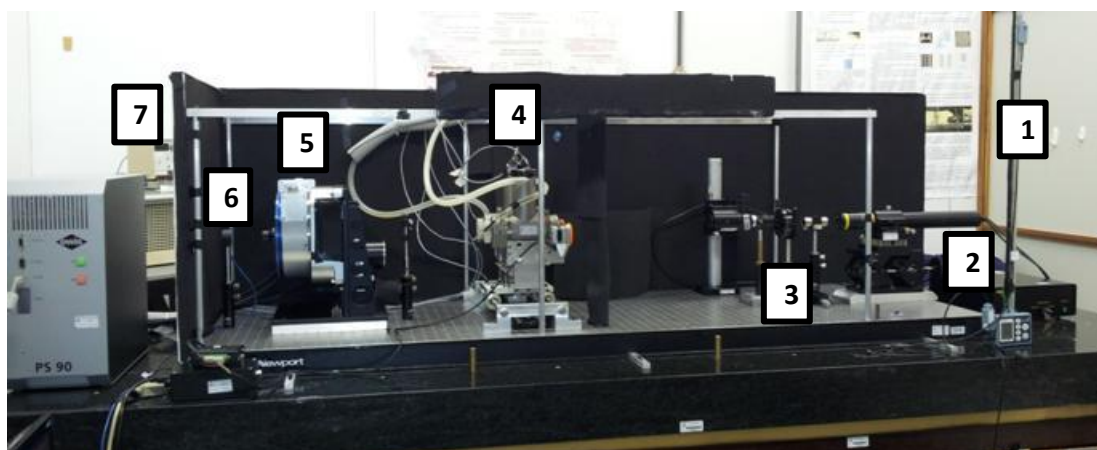


Figura 2. Polarímetro de referência da Diopt.

Em (6) está o fotodetector de Si. Numa das câmaras fica montado uma QCP fixa que é medida todas as vezes em que é executada uma calibração, para a finalidade de controle da qualidade. Na outra câmara é montada a QCP em calibração, num porta amostra conectado a motor de passo de forma a poder girar dentro da câmara em ângulos de 90° a cada medição. O resultado final é a média de 24 repetições de medição do

ângulo de rotação da polarização, na temperatura de 20 °C. O polarímetro é automatizado por um programa em LabVIEW que comanda os motores, coleta os dados dos instrumentos, faz a análise dos dados, cálculos de incerteza, registra os resultados e gera o certificado de calibração. Os resultados são conferidos, e todo o sistema é auditado anualmente segundo a norma ABNT NBR 17025.

4. CONCLUSÕES

Neste artigo foi apresentado o polarímetro de referência da Diopt, sistema de medição que realiza serviços de calibração polarimétrica em placas de controle de quartzo, padrões de transferência para a calibração de polarímetros e sacarímetros utilizados nas indústrias, visando oferecer rastreabilidade e confiabilidade nas medições.

5. AGRADECIMENTOS

Agradecimentos a todos os colegas que participaram e ao pessoal da Diopt e Inmetro por sua contribuição na realização desse sistema de medição. Agradecimentos ao CNPq.

6. REFERÊNCIAS

[1] OIML – International Organization of Legal Metrology, R14 (1995): *Polarimetric saccharimeters graduated in accordance with the ICUMSA International Sugar Scale.*

<http://www.oiml.org/publications/R/R014-e95.pdf>

[2] *ICUMSA Method SPS-1 2009 - Polarimetry and the International Sugar Scale-Official*

[3] Manual de Instruções CONSECANA-SP 2006; www.orplana.com.br/manual_2006.pdf

[4] Schulz M, Fricke A, Stock K, Alvarenga A P D, Belaidi H 2006 High accuracy polarimetric calibration of quartz control plates, IMEKO XVIII World Congress, Rio de Janeiro, Brazil

[5] Alvarenga A P D, Pereira N C E, Tarelho L V G, França R S, Belaidi H 2010 *July OIML Bulletin 5*, www.oiml.org/bulletin

[6] Alvarenga A P D, Pereira N C E, Gomes B S, Grieneisen H P H 2011 Evaluation of measurement uncertainties for polarimetric calibration of quartz control plate, *Metrologia Natal, Brasil*

http://limcserver.dee.ufcg.edu.br/metrologia_2011/viconbr/85882.pdf