

Modernizacja stanowiska pomiarowego do wzorcowania wzorców polarymetrycznych

Modernization of measuring system for polarimetric standards calibration

Beata Sokołowska, Natalia Wojciechowska (Główny Urząd Miar)

Polarymetry, przyrządy do pomiaru skręcalności optycznej, są wzorcowane za pomocą wzorców polarymetrycznych. W artykule przedstawiono modernizację stanowiska pomiarowego do wzorcowania tych wzorców oraz jej wpływ na niepewność pomiaru kąta skręcenia płaszczyzny polaryzacji światła.

Polarimeters, instruments for measuring the optical rotation, are calibrated by polarimetric standards. The article presents the modernization of measuring system for calibration of standards and the impact on the uncertainty of measurement the angle of rotation of polarization plane.

Słowa kluczowe: przyrządy do pomiaru skręcalności optycznej, wzorce polarymetryczne

Keywords: instruments for measuring the optical rotation, polarimetric standards

Wstęp

Stałe i ciekłe wzorce polarymetryczne są przeznaczone do wzorcowania polarymetrów. Te przyrządy pomiarowe są stosowane do pomiaru kąta skręcenia płaszczyzny polaryzacji światła przechodzącego przez substancje optycznie czynne. Znajdują zastosowanie przy kontroli jakości surowców i produktów oraz procesów technologicznych w przemyśle cukrowniczym, spożywczym i farmaceutycznym. Technika polarymetryczna stosowana jest także do identyfikacji niektórych związków organicznych, rozróżniania izomerów optycznych i badania reakcji kinetycznych [1, 2].

Wzorce polarymetryczne

Wzorcowanie polarymetrów można wykonać w skali kątowej ($^{\circ}$) lub w Międzynarodowej Skali Cukrowej (MSC), ustanowionej przez Międzynarodową Komisję Ujednolicania Cukrowniczych Metod Analitycznych ICUMSA [3]. Polarymetry wyzorcowane w MSC noszą nazwę sacharymetrów i stosuje się je do pomiaru stężenia cukru w roztworach wodnych. Do wzorcowania polarymetrów używa się wzorców polarymetrycznych. Są to wzorce stałe – kwarcowe płytki kontrolne oraz ciekłe – wodne roztwory sacharozy.

W Pracowni Precyzyjnych Pomiarów Geometrycznych Samodzielnego Laboratorium Długości przechowywany i stosowany jest państwowy wzorec jednostki miary kąta skręcenia płaszczyzny polaryzacji światła. Stanowi on

komplet 5 kwarcowych płytek kontrolnych o przekrojach kołowych, w oprawach metalowych, wykonanych zgodnie z zaleceniami XV Sesji ICUMSA przez firmę Schmidt + Haensch. Płytki posiadają świadectwa wzorcowania PTB. Zakres pomiarowy wzorca państwowego przy $\lambda_{vac} = 546,2271 \text{ nm}$ i $t = 20,00 \text{ }^{\circ}\text{C}$ wynosi $(-10 \div 40)^{\circ}$, wartość niepewności rozszerzonej wynosi $0,001^{\circ}$, dla $k = 2$.

Stanowisko pomiarowe do wzorcowania wzorców polarymetrycznych

W Pracowni Precyzyjnych Pomiarów Geometrycznych do wzorcowania wzorców polarymetrycznych stosowany jest polarymetr fotoelektryczny MCP 500, produkcji



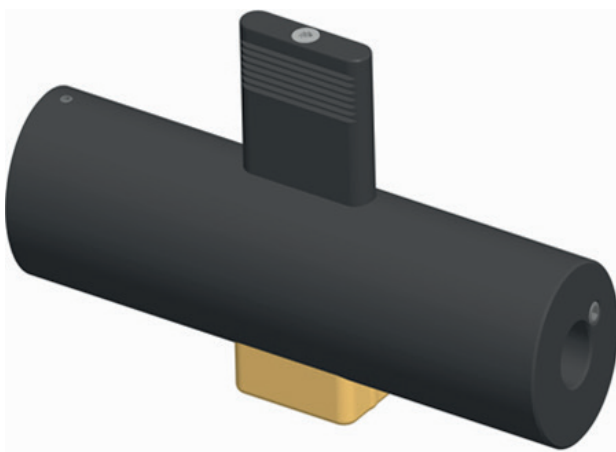
Rys. 1. Polarymetr fotoelektryczny MCP 500

Anton Paar, o zakresie pomiarowym: $(-89,9 \div 89,9)^\circ$ i wartości działki elementarnej: $0,0001^\circ$ (rys. 1), wzorcowany za pomocą wzorca państwowego. Jest to polarymetr z obrotowym analizatorem, w którym mierzy się kąt, o jaki należy obrócić analizator po wprowadzeniu substancji optycznie czynnej między skrzyżowane nikiel (polaryzator i analizator), aby otrzymać obraz pierwotny.

W serii polarymetrów MCP zastosowane zostało unikatowe rozwiązanie polegające na możliwości regulacji temperatury kwarcowej płytki kontrolnej lub celi pomiarowej poprzez zastosowanie zintegrowanego modułu Peltiera. W polarymetrze zastosowano bezprzewodową automatyczną identyfikację kwarcowych płytek kontrolnych oraz cel pomiarowych (do wzorców ciekłych), wraz z ich temperaturą. Program komputerowy otrzymuje bezprzewodowo dane dotyczące temperatury wzorca, możliwe jest również termostatyzowanie wzorca do zadanej temperatury. Układ działa tylko z płytkami kwarcowymi i celami pomiarowymi dedykowanymi polarymetrom serii MCP (rys. 2 i 3).



Rys. 2. Komora pomiarowa polarymetru z bezprzewodową automatyczną identyfikacją kwarcowych płytek kontrolnych oraz cel pomiarowych produkcji Anton Paar



Rys. 3. Kwarcowa płytka kontrolna produkcji Anton Paar

Temperatura substancji badanej/wzorca ma kluczowy wpływ na pomiar: różnica temperatury o 1°C dla wzorca kwarcowego odpowiadającego punktowi 100°Z ($40,777^\circ$) implikuje różnicę skręcalności optycznej równą około $0,006^\circ$. Dla nowoczesnych polarymetrów o rozdzielczości $0,001^\circ$, a nawet $0,0001^\circ$ wpływ ten jest szczególnie istotny.

Modernizacja stanowiska pomiarowego do wzorcowania wzorców polarymetrycznych

Kwarcowe płytki kontrolne stosowane w Pracowni Precyzyjnych Pomiarów Geometrycznych oraz u wielu użytkowników polarymetrów są dla programu „niewidoczne”. Aby w pełni wykorzystać możliwości przyrządu, wykonano jego modernizację polegającą na wprowadzeniu do stanowiska widocznego dla systemu czujnika temperatury i zmianie oprogramowania (rys. 4). Po modernizacji stanowisko zapewnia możliwość wykonania wzorcowania wszystkich typów wzorców z wykorzystaniem termosta-



Rys. 4. Wnętrze komory pomiarowej z wmontowanym czujnikiem Pt 100 i kwarcową płytką kontrolną

tyzowania celi pomiarowej i, co z tego wynika, cechuje się brakiem konieczności przeliczania wartości kąta skręcenia płaszczyzny polaryzacji światła z temperatury pomiaru, często różniącej się znacznie od 20°C , na wartości w temperaturze 20°C .

Dodatkowo przed umieszczeniem wzorców w komorze pomiarowej polarymetru termostatyzuje się je w dedykowanym termostacie BS (rys. 5).

Niepewność standardowa, związana z poprawką temperaturową po modernizacji, została zmniejszona z $0,016^\circ$ do $0,0065^\circ$. Wynika to stąd, że przed modernizacją do pomiaru temperatury komory pomiarowej stosowany był termometr szklany o działce elementarnej $0,1^\circ\text{C}$, którego niepewność rozszerzona, dla $k = 2$, zgodnie ze świadectwem wzorcowania, wynosi $0,03^\circ\text{C}$. Stąd niepewność



Rys. 5. Termostat BS z zaznaczonym gniazdem, w którym umieszcza się wzorzec

standardowa jest równa $0,015\text{ }^{\circ}\text{C}$. Jako wartości graniczne odchyłeń spowodowanych rozdzielczością odczytu temperatury przyjmuje się $0,1$ działki elementarnej termometru.

Po modernizacji temperaturę komory pomiarowej polarymetru mierzy się za pomocą wywzorcowanego czujnika temperatury Pt 100. Odczytu wskazań temperatury dokonuje się na wyświetlaczu polarymetru z rozdzielczością $0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$. Niepewność rozszerzona czujnika temperatury, dla $k = 2$, zgodnie ze świadectwem wzorcowania, wynosi $0,013\text{ }^{\circ}\text{C}$. Stąd niepewność standardowa jest równa $0,0065\text{ }^{\circ}\text{C}$. Jako wartości graniczne odchyłeń spowodowanych rozdzielczością odczytu temperatury przyjmuje się $0,1$ działki elementarnej termometru.

Po modernizacji stanowiska osiągnięto mniejszą wartość niepewności rozszerzonej pomiaru kąta skręcenia płaszczyzny polaryzacji światła, równą $0,003^{\circ}$.

Podsumowanie

Modernizacja spowodowała, że stanowisko jest wszechstronne i pozwala na wykorzystanie termostaty-zowania celi pomiarowej podczas wzorcowania wszystkich typów wzorców oraz, co z tego wynika, uniknięcia konieczności przeliczania wartości kąta skręcenia płaszczyzny polaryzacji światła z temperatury pomiaru na wartość w temperaturze $20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Dzięki modernizacji subiektywny odczyt temperatury w termometrze szklanym zastąpiono obiektywnym odczytem cyfrowym.

Po modernizacji niepewność rozszerzona pomiaru kąta skręcenia płaszczyzny polaryzacji stałych wzorców polarymetrycznych (kwarcowych płytek kontrolnych) została zmniejszona i wynosi $0,003^{\circ}$.

Literatura

- [1] Sokołowska B., Spójność pomiarowa w dziedzinie polarymetrii. Materiały konferencyjne, 2005.
- [2] Szyszko E., Instrumentalne metody analityczne. Państwowy Zakład Wydawnictw Lekarskich, Warszawa 1982.
- [3] SPS-1 Polarymetria i Międzynarodowa Skala Cukrowa – oficjalna, ICUMSA, 2017.

W artykule wykorzystano treść postera i jego streszczenia zaprezentowanego na VIII Kongresie Metrologii 2019, który odbył się w dniach 9–13 czerwca 2019 roku w Augustowie.