

POLARIMETRO AUTOMATICO INFRARROJO LASERPOL NIR

Justo Ravelo¹, Víctor Fajer, Luis W. Mora, Humberto Fernández, Juan C. López, Gladys Cossío y Danny Rodríguez, Centro de Estudios Aplicados al Desarrollo Nuclear (CEADEN)

RESUMEN

En el presente trabajo se describe el diseño y concepción general del polarímetro infrarrojo LASERPOL NIR. En la introducción se argumenta la necesidad de su utilización y las ramas donde tiene una utilización válida. Más adelante se justifica la longitud de onda seleccionada dentro de la zona infrarroja cercana (783 nm), se describe el principio de funcionamiento, sus características técnicas y se presentan las mediciones realizadas con el mismo y su comparación con las realizadas en un polarímetro de calidad internacionalmente reconocida.

ABSTRACT

Presently work is described the design and general conception of the infrared polarimeter LASERPOL NIR. The necessity of their use and the branches, where it has a valid utilization are argued in the introduction. It later on justify the selected wavelength within the near infrared zone (783 [nm]); the principle of operation and their technical features has been described. Polarimetric measurements carried out are presented and they has been compare with them carried out in a polarimeter of quality internationally recognized.

INTRODUCCION

En los laboratorios de análisis donde se emplea el método polarimétrico para la determinación de la concentración u otras propiedades con frecuencia se deben analizar sustancias que no son transparentes a la luz visible y tienen necesidad de utilizar el subacetato de plomo para clarificar. La disminución del empleo del subacetato de plomo en la clarificación en las industrias y laboratorios es una cuestión de extraordinaria atención debido a la incidencia nociva de esta sustancia en la naturaleza, especialmente en la naturaleza animal. El riesgo de ingestión por animales y daño al suelo aumenta con el vertimiento de esta sustancia al medio en cantidades apreciables (en nuestro País más de 10 t al año por la industria azucarera [1]).

En algunos países desarrollados se han aplicado diversas técnicas para eliminar este contaminante, (Alemania, Estados Unidos y Gran Bretaña) con resultados satisfactorios. A partir de agosto de 1990 las disposiciones federales norteamericanas prohíben el vertimiento del subacetato de plomo al medio por cualquier vía. Adicionalmente las industrias que utilizan dicho contaminante son emplazadas públicamente para que informen cómo realizan sus análisis y planes de tratamiento de estos desechos. Como resultado de estudios en la década del 80 la Dirección Regional de Contaminación, así como las autoridades estatales responsables del control de los vertimientos dañinos, debido a la descarga a la naturaleza de los análisis azucareros, enviaron a los

productores que excedían los 5 ppm de plomo en sus vertimientos a declarar las causas y las medidas a tomar para su eliminación.

La compañía norteamericana Amistar Sugar Corporation (ASC) prácticamente desde abril de 1990, empleando la polarimetría en el infrarrojo cercano y clarificación con sales de aluminio, ha eliminado completamente el uso del subacetato de plomo en el proceso de control en la fabricación de azúcar [2]. Estos métodos fueron ampliamente adoptados por la industria azucarera norteamericana.

En Alemania, Australia y Sudáfrica se han realizado pruebas en laboratorios especializados con estas técnicas y la polarimetría infrarroja y clarificación con sales de Al ha sido la más aceptada en el Instituto de Azúcar de Braunschweig (Alemania) y en Instituto de Investigaciones de Durban (Sudáfrica) [3]. Como resultados de estos estudios de validación la COMISION INTERNACIONAL PARA EL ANALISIS DE LOS METODOS UNIFICADOS DEL AZUCAR (ICUMSA) recomienda la aceptación de esos métodos para el proceso de control industrial de la calidad del azúcar [4], reservándose el derecho para la comercialización.

A pesar de las restricciones en la esfera comercial, se utilizan en la actualidad polarímetros infrarrojos, que permiten la realización de los análisis sin la utilización del plomo en proceso de producción. La firma Alemana Schmidt+Haensch produce el polarímetro en el infrarrojo cercano Polartronic Universal,

E-mail: justo@ceaden.edu.cu.

(patente europea 0022054), la Optical Activity el modelo Saccar 880, (también patente europea), la Rudolph Research Corporation el modelo DSP, la Alemania Elektronik Automation (Dr. W. Kerchen) el Sucromat Dual (579.3 nm y 880 nm). El precio de estos instrumentos oscila desde 20 a 35 miles de USD. El primero (Polactronic) utiliza la longitud de onda de 882.6 nm y el segundo (Optical Activity) de 880 nm.

El polarímetro automático construido, LASERPOL NIR, puede ser empleado en la industria azucarera, farmacéutica, alimentaria, de perfumería o en cualquier laboratorio donde se midan concentraciones de sustancias ópticamente activas no transparentes a la luz visible, pero si transparentes a la longitud de onda de 783 nm. Su destino principal es la industria azucarera donde se utiliza para la evaluación de materia prima, en el control del proceso de producción así como en el control de calidad de los productos finales, participa en los centrales en la medición de no menos de 18 productos intermedios y finales. Entre las mediciones de materia prima se encuentran las correspondiente a semilla y jugos, las del proceso incluyen mediciones de jugos, mieles intermedias y agua de zanja y las relacionadas al control de calidad corresponden a los azúcares y mieles finales.

DESCRIPCION DEL PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO DEL INSTRUMENTO

El LASERPOL NIR está proyectado sobre la base de un principio magneto-óptico de medición concebido por los autores. Los objetivos del principio de medición son los siguientes: lograr un intervalo mayor de medición mediante el aumento del ángulo girado por la bobina compensadora, utilizar las placas de cuarzo convencionales, así como disponer de 3 escalas de medición y varias funciones de corrección.

Se seleccionó el láser semiconductor de 783 nm debido a su amplia utilización en diferentes rams de la técnica, su fácil adquisición y bajo costo.

El polarímetro está constituido por un láser semiconductor de 0.8 mW con una longitud de onda de 783 nm como fuente de luz, un prisma polarizador, una celda de Faraday compensadora con un núcleo de vidrio flint pesado, una cámara de muestras, una celda de Faraday trabajando como modulador, un prisma analizador, un fotosensor constituido por un fototransistor, un amplificador de ganancia controlada, un sistema de filtros, un detector de fase para determinar el instante en que se produce la compensación, un circuito de muestreo y retención que sensa la caída de voltaje en una resistencia especial estable a la temperatura y un conversor análogo-digital de 14 bits.

El sistema dispone además, de una micro-computadora a partir del microprocesador Z80, un teclado para el control y entrada de datos al sistema, un oscilador con amplificador de potencia que alimenta la celda moduladora y como salidas una pantalla visualizada de 4½ dígitos.

El instrumento funciona de la manera siguiente: los prismas polarizadores se encuentran girados uno con respecto al otro 90°. Al colocar una sustancia ópticamente activa en la cámara de muestras, aparece una señal que contiene la frecuencia fundamental, (que es la que corresponde al oscilador) y un armónico del doble de la frecuencia fundamental a la salida del fotosensor; el filtro sólo deja pasar la señal con la frecuencia fundamental, la cual tiene una amplitud de cero cuando se compensa el desbalance provocado por la muestra que se mide y tiene una amplitud diferente de 0 mientras exista descompensación.

Al dar inicio a una medición en el equipo, la fuente de corriente genera pulsos de corriente debido a los cuales se produce la compensación. La compensación es detectada por el circuito que comanda al sistema de muestreo y retención, el cual sensa la caída de voltaje en la resistencia especial y la transfiere al conversor análogo digital. El valor de la polarización medida es proporcional a la corriente sensada en la bobina compensadora.

Las características técnicas del polarímetro son:

• Fuente de luz	láser semiconductor
• Longitud de onda	783 nm
• Potencia del láser	0.8 mW
• Escala en ° angulares	± 1.1°, ± 0.005°
• Mínimo de transmisión de la sustancia (a 783 nm)	10 %
• Tiempo de medición	16 s
• Temperatura de operación	15 - 30 °C
• Alimentación	220 V ± 10 %
• Consumo de potencia	110 W
• Tubo polarimétrico Long.	máx. 100 mm
• Peso	20 Kg
• Dimensiones	560x320x178 mm

VALORACION CUALITATIVA

Antes de ajustar los valores se hicieron mediciones con 3 placas de cuarzo, (50 mediciones continuas y 36 alternas cada una), la 2951+2952, II-7-1989, II-8-1989, con 0.623°, 0.459°, -0.461° respectivamente y se obtuvieron las siguientes σ : 0.002°, 0.002° y 0.003°. Se ajustó el valor para la placa 2951+2952 de 0.623° y se obtuvo el valor medio en 20 mediciones de 0.625° ± 0.005°. Se estudió la respuesta a la absorción con filtros de color calibrados para la longitud de onda de 783 nm y se alcanzó que hasta el 96 % de absorción la

medición es confiable. Se hicieron mediciones en el LASERPOL NIR y simultáneamente en el Sucromat Dual (que tiene dos longitudes de onda, 589.3 y 880 nm) en los laboratorios del Dpto. de Inv. Analíticas de la Subdirección Química del ICINAZ, para el estudio de la precisión y de la linealidad, con 30 soluciones de azúcar, (10 mediciones cada una hasta la centésima), en un intervalo desde 0.15 g hasta 3 g de sacarosa en 100 mL de solución. Se obtuvo una repetibilidad buena; de las 30 soluciones 14 con $\sigma = 0.00^\circ$, 3 con $\sigma = 0.003^\circ$, 3 con $\sigma = 0.004^\circ$ y 10 con $\sigma = 0.005^\circ$, dando σ promedio igual a 0.002° ; antes de medir cada solución se midió con agua destilada y en todas las mediciones se obtuvo 0.00° ; la regresión lineal, para 27 soluciones, fue la siguiente: $R = 0.99965$, el intercepto $A = -0.01627$, la pendiente $B = 0.36994$ y la desviación de los datos, respecto a la mejor recta, fue 0.00878 , (ver el gráfico). Se tomaron 46 muestras para calcular las constantes de ingeniería y se ajustaron los valores en grados sexagesimales con estas constantes y

con la fórmula de Bunnagel, para el infrarrojo cercano, se calcularon los grados Z. Se compararon los valores obtenidos con las mediciones realizadas simultáneamente en el Sucromat a la longitud de onda de 880 nm; se obtuvo, como mayor diferencia $0.1^\circ Z$ y el promedio de las diferencias $0.0002^\circ Z$. Se determinó el intervalo de medición y se obtuvo $\pm 1.1^\circ$ que es equivalente a $\pm 6^\circ Z$. Estas mediciones están referidas a una cubeta de 100 mm.

Se realizaron 30 mediciones dobles, (dos muestras en cada medición), de jugos de caña de azúcar, con una dilución de 13 g en 100 mL y se compararon las mediciones clarificando y sin clarificar. El resultado de las diferencias de las mediciones de [sin clarificar]-[clarificar] fue el siguiente: LASERPOL NIR : como promedio 0.001° , $\sigma = 0.005^\circ$; Sucromat Dual: promedio 0.001° , $\sigma = 0.003^\circ$ [5]. En la Tabla I se presentan 23 mediciones de las 30 realizadas. Las mediciones de las columnas (3), (4), (5), (6), (3-4), (5-6) son en grados sexagesimales.

Tabla I. Resultados de los análisis de jugos de caña.

No.	Fecha Análisis	SUCROMAT ²		LASERPOL		Diferencias (S/C-C)	
		S/Clarif.	Clarif.	S/Clarif.	Clarif.	SUCRO (3-4)	LASER (5-6)
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(3-4)	(5-6)
1	23/12	0.191	0.191	0.251	0.250	0	0.001
2	23/12	0.177	0.179	0.237	0.236	-0.002	0.001
3	23/12	0.180	0.184	0.244	0.245	-0.004	-0.001
4	23/12	0.248	0.253	0.326	0.331	-0.005	-0.005
5	24/12	0.233	0.236	0.295	0.294	-0.003	-0.001
6	27/12	0.312	0.312	0.388	0.388	0	0
7	7/1	0.265	0.263	0.348	0.339	0.002	0.009
8	7/1	0.290	0.292	0.370	0.380	-0.002	-0.01
9	7/1	0.254	0.252	0.338	0.336	0.002	0.002
10	7/1	0.267	0.268	0.345	0.343	-0.001	0.002
11	7/1	0.277	0.280	0.350	0.353	-0.003	-0.003
12	7/1	0.274	0.271	0.346	0.350	0.003	-0.004
13	7/1	0.231	0.234	0.298	0.300	-0.003	-0.002
14	7/1	0.274	0.277	0.360	0.360	-0.003	0
15	10/1	0.200	0.191	0.253	0.249	0.009	0.004
16	10/1	0.280	0.273	0.365	0.358	0.007	0.007
17	10/1	0.324	0.320	0.425	0.423	0.004	0.002
18	10/1	0.338	0.333	0.440	0.434	0.005	0.006
19	10/1	0.330	0.327	0.421	0.422	0.003	-0.001
20	10/1	0.261	0.260	0.349	0.350	0.001	-0.001
21	10/1	0.262	0.263	0.343	0.340	-0.001	0.003
22	13/1	0.297	0.296	0.381	0.385	0.001	-0.004
23	13/1	0.292	0.287	0.380	0.377	0.005	0.003
24	13/1	0.345	0.344	0.448	0.446	0.001	0.002
25	13/1	0.330	0.330	0.432	0.430	0	0.002
26	13/1	0.262	0.260	0.338	0.335	0.002	0.003
27	13/1	0.320	0.318	0.415	0.414	0.002	0.001
28	13/1	0.305	0.303	0.407	0.390	0.002	0.017
29	13/1	0.300	0.298	0.375	0.379	0.002	-0.004
30	13/1	0.281	0.280	0.375	0.371	0.001	0.004
Media de las diferencias						0.001	0.001
Desviación standard de las diferencias						0.003	0.005

CONCLUSIONES

Como puede verse de las mediciones realizadas el comportamiento del polarímetro desarrollado por los autores, LASERPOL NIR, es similar al de un polarímetro de prestigio internacional como el utilizado para comparar los resultados, aunque las características técnicas del Sucromat Dual superan a las del LASERPOL NIR en el intervalo de giro y en el tiempo de medición, en cuanto a las demás son similares. Es necesario destacar que para la longitud de onda utilizada no se ha tenido conocimiento de que haya sido usada en otros polarímetros, o sea este es un aspecto novedoso, además de representar una ventaja económica pues los láseres de esta longitud de onda se producen de forma masiva y esto abarata el costo.

Los autores estiman que con un láser de más intensidad, (aprox. 5 mW a la salida de la fuente de luz), se pueden lograr mejores resultados en precisión y repetibilidad.

AGRADECIMIENTOS

Expresamos nuestro agradecimiento a los especialistas del Dpto. de Inv. Analíticas de la Subdirección Química del INSTITUTO CUBANO DE INVESTIGACIONES AZUCARERAS (ICINAZ) Lic. Julián Rodríguez López, Lic. Fernando Fernández Álvarez, Lic. Francisco H. Pérez Sanfiel, Téc. Analista Yadira Borges Gómez y al Téc. Analista Ernesto Maseda Maestre por su asesoría en la ejecución de este trabajo, en la técnica de preparación de las soluciones, en las mediciones y en el estudio que realizaron sobre el comportamiento del polarímetro.

REFERENCIAS

1. Datos aportados por la sección de compra del Ministerio de la Industria Azucarera y consultados con autoridades del ICINAZ.
2. ALTENBURG, W. and C.C. CHOU: **An alternative method of raw sugar polarization**, Zucker Ind. 116.
3. DUNSMORE, A. (1993): **The quest to eliminate the use of lead in the laboratory**, Part 2. Proceedings of the South African Technologists Association. June.
4. ICUMSA Proceeding of 1994 in Havana. Subjet: Raw sugar.
5. Informe del Dpto. de Inv. Analíticas de la Subdirección Química del ICINAZ al CEDEIC.
6. Presentación del Informe Final del Proyecto Desarrollo de un polarímetro fotoeléctrico infrarrojo para disminuir la utilización del subacetato de plomo en los análisis de control de calidad en la Industria Azucarera, del Programa Nacional de la Agroindustria Azucarera, código 00103026.