

# Hochgenaue polarimetrische Kalibrierung von Quarz-Kontrollplatten

Andreas Fricke, Michael Schulz

Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig

<mailto:andreas.fricke@ptb.de>

Quarz-Kontrollplatten werden eingesetzt, um Polarimeter zur Charakterisierung optisch aktiver Substanzen zu kalibrieren. Die hochgenaue Kalibrierung dieser Quarz-Kontrollplatten erfolgte bislang unter Verwendung einer speziellen Regelelektronik. Mit der Erweiterung auf eine dynamische Methode können zukünftig schnellere und genauere Messungen durchgeführt werden.

## 1 Einführung

In vielen Bereichen der Chemie, Pharmazie sowie Nahrungsmittel- und insbesondere der Zuckerindustrie werden polarimetrische Messungen, d.h. Messungen der Drehung der Polarisations Ebene von optisch aktiven Substanzen durchgeführt, z.B. für Konzentrationsbestimmungen.

Zur Kalibrierung der Messsysteme (so genannte Polarimeter) dienen üblicherweise Quarz-Kristalle („Quarz-Kontrollplatten“, siehe Abb. 1) mit bekanntem Drehwinkel. Quarz-Kontrollplatten haben sich als zeitlich sehr konstant in ihrem Drehwert herausgestellt und eignen sich daher besonders gut als Kalibrierkörper.

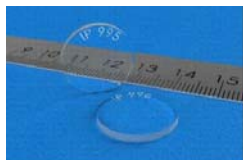


Abb. 1 Typische Quarz-Kontrollplatte ohne Fassung

Für die Messung der Polarisationsdrehung von Quarz-Kontrollplatten ist in der PTB eine Messeinrichtung vorhanden (Abb. 2). Das Messprinzip nutzt die Auslöschung des Lichts bei gekreuzten Polarisatoren in Kombination mit einem Modulationsverfahren zur Auflösungsverbesserung.



Abb. 2 Präzisionspolarimeter der PTB

Ein Nachteil des Aufbaus ist, dass die Position der größten Auslöschung mittels einer Spezialelektro-

nik in einer Regelschleife angefahren wird. Ziel der nachfolgend dargestellten Arbeiten war es, die Apparatur derart zu erweitern, dass sie mit Standardkomponenten arbeiten kann und zusätzlich die Messunsicherheit der polarimetrischen Winkelbestimmung verringert wird.

## 2 Eigenschaften der Quarz-Kontrollplatten

Ein wesentlicher Bestandteil der Kalibrierung ist die Überprüfung der grundsätzlichen Kalibrierfähigkeit einer Quarz-Kontrollplatte. Neben den Vorgaben für die äußeren Maße muss eine Quarz-Kontrollplatte wesentliche optische Eigenschaften aufweisen. Geprüft werden insbesondere die optische Reinheit, Ebenheit und Planparallelität der Flächen sowie der Achsenfehler, d.h. die Abweichung der optischen Achse des Kristalls von der äußeren Orientierung der Quarzplatte.

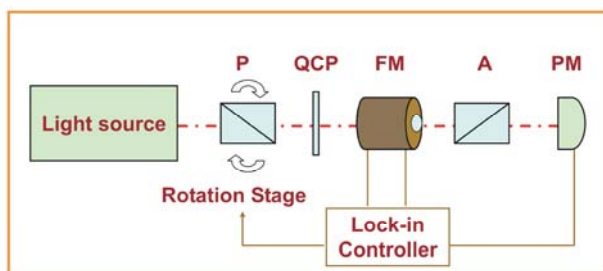
Die von Quarz-Kontrollplatten hervorgerufene Drehung der Polarisations Ebene hängt von ihrer Dicke, der Temperatur und der Licht-Wellenlänge ab.

Für die spezielle Anwendung in der Zuckerindustrie gibt es für die Kalibrierung der Quarz-Kontrollplatten einschlägige Empfehlungen der ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis) [1] und der OIML (Organisation Internationale de Métrologie Légale) [2], die mit dem PTB-Messsystem eingehalten werden.

## 3 Bisheriges Messprinzip

Die bisherige Methode zur Messung des Drehwertes einer Quarz-Kontrollplatte war, mittels eines aufwändigen analogen Regelkreises den Teilkreis auf die Position der gekreuzten Stellung zu regeln. In Abbildung 3 ist das Messprinzip skizziert. Als Lichtquelle dient ein Laser, dessen Licht mittels einer  $\lambda/4$ -Platte zirkular polarisiert wird. Der Messstrahl geht durch den auf einem Teilkreis motorisch drehbar gelagerten Polarisator und anschließend durch die Quarzplatte. Der nachfolgende Faraday-Modulator moduliert die Polarisation des Messstrahles um wenige Grad. Durch den Analysator gelangt der Messstrahl auf den Detektor. Als

Detektor wird ein Photomultiplier mit geregelter Empfindlichkeit eingesetzt. Eine spezielle Regel-elektronik wertet das Photomultiplier-Signal aus und liefert die Modulationsfrequenz für den Faraday-Modulator sowie die Regelspannung für den Teilkreismotor. Dieses Prinzip basiert auf dem Effekt, dass im Punkt der Auslöschung (gekreuzte Stellung von Polarisator und Analysator) die Modulation bei der doppelten Modulationsfrequenz ein Maximum hat. Damit ist eine Detektion der gekreuzten Stellung möglich, allerdings benötigt die Regelung relativ viel Zeit und resultiert in einer Regelabweichung. Die Unsicherheit für diese Methode des automatischen Nullabgleichs beträgt  $0,0002^\circ$ .



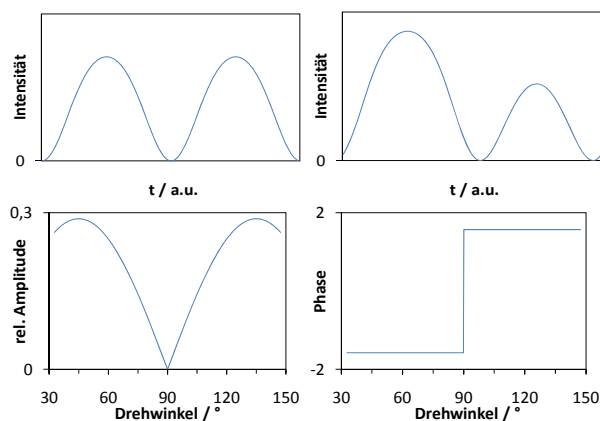
**Abb. 3** Prinzip des Polarimeters. P: Polarisator, QCP: Quarz-Kontrollplatte, FM: Faraday-Modulator, A: Analysator, PM: Photomultiplier

Der Drehwert der Quarz-Kontrollplatte ergibt sich als die Differenz der gemessenen Winkel mit und ohne Probe.

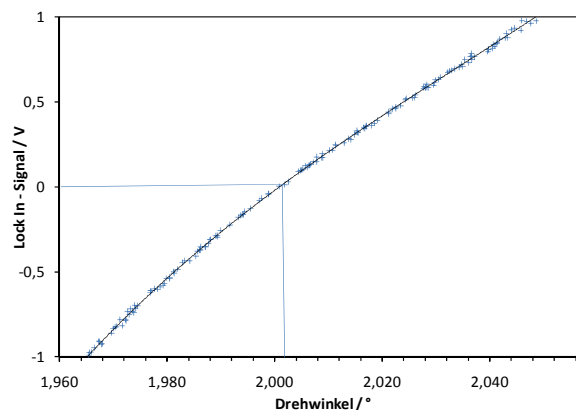
#### 4 Dynamische Methode

Bei der neuen dynamischen Methode wird der Teilkreis kontinuierlich gedreht und das Signal eines konventionellen Lock-In-Verstärkers zusammen mit dem Winkelwert des Teilkreises simultan aufgenommen und anschließend ausgewertet. Besonders empfindlich zur Detektion des Auslöschungszustandes ist dabei die Phase des Detektorsignals bei der Grundfrequenz des Faraday-Modulators (Abb.4). Diese weist einen Sprung um  $\pi$  auf und wechselt ihr Vorzeichen. Im realen Messaufbau führt dieser Effekt zu einem steilen Anstieg des Phasensignals, der sich mit guter Reproduzierbarkeit abtasten lässt. Für einen Regelkreis ist das Phasensignal nicht geeignet, da die Amplitude auf Null abfällt.

Der Nulldurchgang der Phase wird durch Anpassen einer geeigneten Funktion an das gemessene Phasensignal und anschließende Interpolation gewonnen. Dazu wird z.B. eine Gerade in einem kleinen Bereich um den Nulldurchgang oder ein Polynom niedriger Ordnung für einen größeren Anpassbereich verwendet. Abb. 5 zeigt ein Messbeispiel. Eventuelle Zeitkonstanten der Elektronik fallen dabei nicht ins Gewicht, da der gesuchte Drehwert als Differenz zweier gleichartiger Messungen gebildet wird.



**Abb. 4** Simulation des Ausgangssignals am Detektor. Oben: zeitlicher Verlauf im abgeglichenen und nicht abgeglichenen Zustand. Unten: Amplitude und Phase des Ausgangssignals in Abhängigkeit vom Drehwinkel zwischen Polarisator und Analysator.



**Abb. 5** Verlauf des Lock-In-Signals im Bereich der Flanke und angepasste Kurve (Polynom dritten Grades)

Durch diesen Messablauf können die Drehwerte der Quarz-Kontrollplatten nach einer ersten Abschätzung mindestens um einen Faktor 2 genauer als mit der Methode des automatischen Nullabgleichs bestimmt werden.

#### 5 Ausblick

Künftig wird es mit der dynamische Methode möglich sein, viele Messwerte um den Nulldurchgang herum aufzunehmen und auszuwerten. Dadurch kann die Messunsicherheit verringert werden. Die Methode erfordert keine spezielle Elektronik und kann daher auch an anderen Stellen mit Standardkomponenten aufgebaut werden.

#### Literatur

- [1] ICUMSA Specification and Standard SPS-1(2009)
- [2] 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>