



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

Diagnóstico metrológico para la verificación de la aptitud de equipo optoelectrónico del tipo de sacarímetros polarimétricos en uso graduados de acuerdo a la escala de azúcar ICUMSA. Evaluado según la recomendación OIML R 14 e ICUMSA SPS 1, año 1995

Luis Alejandro Durán Cantizano

Asesorado por Ingeniero Federico G Salazar

Guatemala, febrero de 2006

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**DIAGNÓSTICO METROLÓGICO PARA LA VERIFICACIÓN DE LA
APTITUD DE EQUIPO OPTOELECTRÓNICO DEL TIPO DE
SACARÍMETROS POLARIMÉTRICOS EN USO GRADUADOS DE
ACUERDO A LA ESCALA DE AZÚCAR ICUMSA. EVALUADO
SEGÚN LA RECOMENDACIÓN OIML R14 E ICUMSA SPS 1,
AÑO 1995.**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

LUIS ALEJANDRO DURÁN CANTIZANO
ASESORADO POR ING. FEDERICO G. SALAZAR

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, FEBRERO DE 2006

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA

FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	
VOCAL II	Ing. Lic. Amahan Sánchez Alvarez
VOCAL III	Ing. Julio David Galicia Celada
VOCAL IV	Br. Kennet Issur Estrada Ruíz
VOCAL V	Br. Elisa Yazminda Vides Leiva
SECRETARIO	Inga. Marcia Ivonne Véliz Vargas

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recino
EXAMINADOR	Ing. Otto Raúl De León
EXAMINADOR	Ing. José Eduardo Calderón García
EXAMINADOR	Ing. Edwin Manuel Ortiz Castillo
SECRETARIO	Ing. Marcia Ivonne Véliz Vargas

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a consideración mi trabajo de graduación titulado:

Diagnóstico metrológico para la verificación de la aptitud de equipo optoelectrónico del tipo de sacarímetros polarimétricos en uso graduados de acuerdo a la escala de azúcar ICUMSA. Evaluado según la recomendación OIML R14 e ICUMSA SPS 1, año 1995,

tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química con fecha 23 de mayo de 2005.

Luis Alejandro Durán Cantizano

A

Luis E. Cantizano Chavez

Milagro de Durán

con amor

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	V
RESUMEN	XV
OBJETIVOS	XVII
INTRODUCCIÓN	XIX
JUSTIFICACIÓN	XXI
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	XXIII
1 MARCO TEÓRICO	1
1.1 Calibración de instrumentos	1
1.2 Tipos de estándares de referencia para calibración	2
1.3 Patrones de calibración	2
1.3.1 Patrón primario	3
1.3.2 Patrón nacional	3
1.3.3 Patrón internacional	3
1.3.4 Patrón secundario	4
1.3.5 Patrón de trabajo	4
1.3.6 Patrón de referencia	4
1.3.7 Patrón de transferencia	4
1.3.8 Patrón viajero	5
1.4 Metrología	6
1.4.1 La Metrología legal	6
1.4.2 La Metrología industrial	7
1.4.3 La Metrología científica	8
1.5 Laboratorios metrológicos	11
1.6 Mediciones	11
1.6.1 Exactitud y precisión	12
1.6.2 Errores	13
1.7 Instrumentación	16
1.7.1 Clasificación de los instrumentos	16
1.8 Instrumentos de medición optoelectrónicos	18

1.8.1	Polarimetría	18
1.8.2	Sacarosa - sucrosa	20
1.8.2.1	Rotación específica	21
1.8.2.2	Soluciones de azúcar y patrones	22
1.9	Escala internacional de azúcar ICUMSA	23
1.10	Análisis estadísticos	25
2	METODOLOGÍA	27
2.1	Equipo	27
2.1.1	Polarímetro	27
2.1.2	Patrón	28
2.2	Procedimiento de preparación y realización de la medición	29
2.2.1	Evaluación de los parámetros comportamiento placa de cuarzo – comportamiento polarímetro.	31
2.2.1.1	Evaluación de los polarímetros utilizando placa de cuarzo constante	31
2.2.1.2	Evaluación de la placa de cuarzo utilizando polarímetro patrón constante	32
2.2.2	Descripción del procedimiento de realización del muestreo.	32
2.2.2.1	Análisis de datos e interpretación estadística de resultados.	36
2.2.2.5	Presentación Gráfica de Resultados	40
2.2.2.6	Lista de verificación preliminar de polarímetros y Placa de Cuarzo	42
3	RESULTADOS	43
	DISCUSIÓN DE RESULTADOS	63
	CONCLUSIONES	71
	RECOMENDACIONES	73
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	75
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	75
	BIBLIOGRAFÍA	77
	APÉNDICE A: DATOS ORIGINALES	80

APÉNDICE B: MUESTRA DE CÁLCULO	82
APÉNDICE C: DATOS CALCULADOS	91
APÉNDICE D: FOTOGRAFÍAS DEL PROYECTO	107
APÉNDICE E: CERTIFICADOS DE CALIBRACIÓN	108
APÉNDICE F: MÉTODO QQQ	110

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1. Clasificación básica de la instrumentación	17
2. Diagrama de un sacarímetro polarimétrico.	18
3. Recepción, identificación y verificación del equipo y del patrón	33
4. Recolección de datos para la realización de la evaluación metrológica de los polarímetros	34
5. Recolección de datos para la evaluación metrológica de los patrones de medición	35
6. Gráfica Nominal de Evaluación para un Polarímetro para placa de cuarzo 3475	41
7. Gráfica Nóminal de Evaluación para un Polarímetro para placa de cuarzo 4153	41

8. Gráfica de calibración para el polarímetro A, valores reportados por todas las placas en grados Internacionales de Azúcar ICUMSA, Nominales contra valores Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar, valores esperados 50.05, 46.96 °Z 44
9. Gráfica de calibración para el polarímetro A, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores Obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar (°Z) valores esperados 96.03, 95.87 °Z 45
10. Gráfica de calibración para el polarímetro B, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar, valores esperados 50.05, 46.96 °Z 46
11. Gráfica de calibración para el polarímetro B, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar (°Z) valores esperados 96.03, 95.87 °Z 47
12. Gráfica de calibración para el polarímetro C, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar, valores esperados 50.05, 46.96 °Z 48
13. Gráfica de calibración para el polarímetro C, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar (°Z) valores esperados 96.03, 95.87 °Z 49

14. Gráfica de calibración para el polarímetro D, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar, valores esperados 50.05, 46.96 °Z 50
15. Gráfica de calibración para el polarímetro D, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar (°Z) valores esperados 96.03, 95.87 °Z 51
16. Gráfica de calibración para el polarímetro C, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar (°Z) valores esperados 96.03, 95.87 °Z 54
17. Gráfica de calibración para el polarímetro D, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar, valores esperados 50.05, 46.96 °Z 55
18. Gráfica de calibración para el polarímetro D, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar (°Z) valores esperados 96.03, 95.87 °Z 56
19. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 1, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 50.05, 46.96 °Z 57

20. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 1, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 96.03, 95.87 °Z	58
21. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 2, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 50.05, 46.96 °Z	59
22. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 2, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 96.03, 95.87 °Z	60
23. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 3, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 50.05, 46.96 °Z	61
24. Polarímetro Saccharomat M-NIR marca Schmidt + Haensch	107
25. Placa de Cuarzo	107
26. Certificado de placa de cuarzo 4153	108
27. Certificado de placa de cuarzo 3475	109

TABLAS

I. Especificaciones del Saccharomat MNIR	28
II. Especificaciones de la Placa de Cuarzo	29
III. Especificaciones de las Placa de Cuarzo (3475 & 4153)	30
IV. Matriz Básica de Resultados	36
V. Cálculos para la realización del cálculo de mínimos cuadrados	37
VI. Continuación parámetros para el cálculo de mínimos cuadrados	37
VII. Incertidumbre Convencional Expandida para cada polarímetro	43
VIII. Resumen promedio de datos para la correlación de los polarímetros utilizando diferentes placas de cuarzo.	52
IX. Incertidumbre Convencional expandida para cada placa de cuarzo	53
X. Resumen promedio de las Placa de Cuarzo utilizando diferentes polarímetros	62
XI. Grados de azúcar obtenidos con el polarímetro A para todas las Placas de Cuarzo utilizadas.	80
XII. Grados de azúcar obtenidos con el polarímetro C, para todas las Placas de Cuarzo utilizadas.	81
XIII. Grados de azúcar obtenidos con el polarímetro D, para todas las Placas de Cuarzo utilizadas.	81

XIV.	Datos originales para el patrón 2 y el polarímetro B	82
XV.	Cálculo de la desviación d_i para el Tabla XIV	85
XVI.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro A contra Placa de cuarzo 1, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	91
XVII.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro A y Placa de cuarzo 1.	91
XVIII.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro A contra Placa de cuarzo 2, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	92
XIX.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro A y Placa de cuarzo 2.	92
XX.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro A contra Placa de cuarzo 3, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	93
XXI.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro A y Placa de cuarzo 3.	93
XXII.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro A contra Placa de cuarzo 4, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	94

XXIII. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro A y Placa de cuarzo 4.	94
XXIV. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro B contra Placa de cuarzo 1, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	95
XXV. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro B y Placa de cuarzo 1.	95
XXVI. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro B contra Placa de cuarzo 2, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	96
XXVII. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro B y Placa de cuarzo 2.	96
XXVIII. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro B contra Placa de cuarzo 3, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	97
XXIX. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro B y Placa de cuarzo 3.	97
XXX. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro B contra Placa de cuarzo 4, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	98

XXXI.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro B y Placa de cuarzo 4.	98
XXXII.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro C contra Placa de cuarzo 1, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	99
XXXIII.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro C y Placa de cuarzo 1.	99
XXXIV.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro C contra Placa de cuarzo 2, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	100
XXXV.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro C y Placa de cuarzo 2.	100
XXXVI.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro C contra Placa de cuarzo 3, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	101
XXXVII.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro C y Placa de cuarzo 3.	101
XXXVIII.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro C contra Placa de cuarzo 4, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	102

XXXIX.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro C y Placa de cuarzo 4.	102
XL.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro D contra Placa de cuarzo 1, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	103
XLI.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro D y Placa de cuarzo 1.	103
XLII.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro D contra Placa de cuarzo 2, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	104
XLIII.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro D y Placa de cuarzo 2.	104
XLIV.	Datos Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro D contra Placa de cuarzo 3, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	105
XLV.	Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro D y Placa de cuarzo 3.	105
XLVI.	Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro D contra Placa de cuarzo 4, Grados de azúcar Nominales (x_i) Grados de azúcar Reportados (y_i)	106

XLVII. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro D y Placa de cuarzo 4.

106

RESUMEN

En la presente investigación se realizó un análisis metrológico para la verificación de la aptitud de equipo optoelectrónico del tipo de polarímetros sacarímetros en uso graduados de acuerdo a la escala de azúcar ICUMSA. Esto se logró realizando intercomparaciones entre diferentes equipos y placas de cuarzo a nivel de laboratorio; tomando los datos obtenidos se realizaron dos análisis estadísticos: evaluación por medio de los mínimos cuadrados y determinación de la incertidumbre convencional expandida.

Con esto se logró determinar las desviaciones que cada equipo presentaba al momento de realizar las mediciones, así como los factores metrológicos que podrían influir en los valores de las mediciones obtenidos: desviación de cero, o linealidad. Para determinar finalmente que equipo necesita realizar una calibración.

Se realizó el mismo procedimiento para las placas de cuarzo, intercomparandola entre sí y realizando mediciones en diferentes equipos.

Se encontró un error del orden de 10^{-5} en la pendiente y 0.01 en el intercepto de las correlaciones construidas para las placas de cuarzo y un error de 10^{-13} en los polarímetros en el intercepto y en la pendiente construida. Se encontró también que las placas tienen condiciones metrológicas mas estables que los polarímetros.

OBJETIVOS

General

Realizar un diagnóstico metrológico para la verificación de polarímetros graduados de acuerdo a la escala de azúcar ICUMSA y a los patrones utilizados, verificado mediante la recomendación OIML R14 y la Norma ICUMSA SPS1

Específicos

1. Realizar un diagnóstico metrológico para la verificación de aptitud de polarímetros graduados de acuerdo a la escala de azúcar ICUMSA, evaluado mediante la recomendación OIML R14 y la Norma ICUMSA SPS1
2. A partir de las celdas de cuarzo de referencia, evaluar la exactitud de la medida para diferentes celdas.
3. A partir de equipos utilizados de referencia y diversas celdas de cuarzo evaluar la exactitud de las mediciones para diferentes equipos.
4. Determinar el parámetro que pueda tener desviaciones significativas, el polarímetro o la celda, esto en función de la desviación de la lectura presentada contra un valor nominal, tomado como parámetro de comparación

INTRODUCCIÓN

Garantizar que los bienes cumplan con normas y estándares de calidad, representa, en la actualidad, un alto porcentaje de los costos operativos de las Industrias. Garantizar que un producto cumpla estos estándares es parte de un complejo proceso que incluye varios procesos: calibración, estandarización, trazabilidad; son algunos de los términos comunes a aquellos que estén relacionados, de alguna forma; a procesos, procedimientos y requerimientos de sistemas de aseguramiento y control de calidad.

Garantizar que un equipo cumpla con las especificaciones para las que fue diseñado, dentro de rangos establecidos; es una de las tareas de la metrología; ciencia de las mediciones. Para ello, se debe tener en cuenta que el valor real de cualquier medida es, fundamentalmente; desconocido y que únicamente, se pueden hablar de intervalos o rangos. Así, por ejemplo, el decir que el resultado de una medición es igual a 3, no determina si el valor verdadero de la medición es de 2.97, 2.99, 3.01, 3.02, 3.03, 3.51, etc. La forma correcta de referirnos al resultado de esa medición es hacer mención a la *incertidumbre* de la medida. De esta forma, al hacer mención de 3 ± 0.5 , se refiere a la incertidumbre obtenida al realizar la medición. Ésta incertidumbre es producto de causas aleatorias y erráticas, que pueden ser producto, aunque no necesaria ni exclusivamente, de desviaciones en el instrumento, malos funcionamientos, el error del analista, la temperatura y humedad del ambiente, el método utilizado, etc.

Para poder reportar el valor de un parámetro para un producto, es necesario reportar las incertidumbres obtenidas durante las mediciones; o bien

reportar la incertidumbre que se obtiene al realizar mediciones con un polarímetro y método de medición. Para esto, se deben generar métodos y sistemas que sean de amplia aceptación y reconocimiento. La realización del diagnóstico de un método de evaluación aplicado a un instrumento permitiría, en primer término, determinar la confiabilidad, o no, que dicho método provee al ser llevado a cabo. La realización de éste diagnóstico es el tópico central tratado en este trabajo de graduación.

Para ello, se propone, en primer término, realizar mediciones de acuerdo a las normas internacionales ICUMSA SPS1 y la recomendación R14 de OIML para sacarímetros polarimétricos, evaluando las desviaciones que existen al realizar las calibraciones con diferentes estándares, placa de cuarzo, y equipo, sacarímetro. Esto determinará las desviaciones existentes en el método de evaluación para varios sacarímetros, utilizados en la industria azucarera nacional, al realizar dicha evaluación con diferentes estándares, es pues éste trabajo de graduación un diagnóstico del método de evaluación de dichos polarímetros.

JUSTIFICACIÓN

En el nuevo marco global de libre mercado, se hace necesario y fundamental poseer las herramientas para poder ser competitivos. Para cumplir con estos requerimientos las normativas nacionales e internacionales exigen la existencia de certificaciones, validaciones y la implementación de procedimientos sistemáticos ampliamente reconocidos en la evaluación, validación y calibración de equipos de medición.

Dentro de los requerimientos actuales, aplicados a los laboratorios de ensayo y calibración; las normativas internacionales y nacionales recomiendan validar procedimientos para la estimación de la incertidumbre - Véase, por ejemplo, COGUANOR NGR/COPANT/ISO/IEC/17 025. Numeral 5.4, 5.9, 5.10- Obtenida esta por algún método de medición en particular.

Debido a lo poco que se ha trabajado el tema en nuestro país y a la poca disponibilidad de información en lo relativo a procedimientos de estimación de incertidumbres; se ha considerado que el presente trabajo de graduación responde a una necesidad de muchas industrias e instituciones puesto que se refiere a la aplicación del polarímetro en el laboratorio de ensayo y calibración, un instrumento de uso común dentro de la ingeniería química en el ramo de la industria azucarera.

La metrología, como ciencia basada en las mediciones provee de las herramientas, bases y requerimientos necesarios para la adecuada acreditación del equipo de instrumentación. Por lo que se propone implementar un método sistemático para realizar la estimación de incertidumbres en equipos de

medición de concentraciones por métodos optoelectrónicos, sacarímetros polarimétricos.

Se hace necesario entonces realizar un diagnóstico del status actual en los instrumentos y sus componentes, celda de cuarzo, utilizados en la evaluación metrológica de sacarímetros polarimétricos en nuestro país, de acuerdo a las normas internacionales que apliquen, por ejemplo; OIML R 14 e ICUMSA SPS1. Y, así, poder determinar desviaciones significativas que pudiesen existir, o no, dentro de los estándares y equipos actuales utilizados en nuestro país dentro de la industria azucarera. Realizando la comparación contra patrones de referencia con trazabilidad e incertidumbre determinados.

Generando un manual de cálculo de incertidumbres, tal y como lo requieren la norma guatemalteca COGUANOR; al tiempo que realizando un diagnóstico de los métodos actuales de calibración de equipo en Guatemala.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Guatemala, un país en vías de desarrollo; se enfrenta a un nuevo reto: el tratado de libre comercio con el triángulo norte. La apertura comercial que esto significará para el país traerá consecuencias inmediatas a la competitividad de las empresas nacionales para subsistir en una economía de libre mercado, en donde hablar de acreditación y certificación no es nada nuevo. Por esto la acreditación y certificación de procesos, se está convirtiendo en un imperativo dentro de esta nueva estrategia de negocios próxima a desarrollarse.

El gremio azucarero nacional y centroamericano se ha visto en la necesidad de calibrar y certificar el equipo de medición que se utiliza para garantizar la calidad y pureza de la azúcar exportada; de acuerdo a la comisión de normas azucareras ICUMSA, el equipo utilizado para reportar este valor es el polarímetro.

De acuerdo a estadísticas de la Secretaría de Integración Centroamericana (SIECA), el azúcar representa para el país poco más del 13% de las exportaciones nacionales. Esto representa un aproximado de US\$ 317.4 Millones de dólares en ingresos como divisas de exportación de productos tradicionales para la economía nacional, generando alrededor de 300,000 empleos directos e indirectos en el país, con uno de los gremios empresariales mas importantes para el país.

La mayoría de laboratorios de ensayo y calibración, realizan certificaciones de los siguientes equipos de medición: balanzas analíticas, pH, equipos de medición de Flujo. No existe en toda el área centroamericana un

solo laboratorio que esté acreditado por algún ente competente, salvo por fabricantes y/o proveedores, para la certificación de equipo polarimétrico. Convirtiéndose la acreditación de este tipo de equipos indispensable para la economía nacional.

Tomando en cuenta la importancia que esto significa, y considerando que existen actualmente laboratorios que se dedican a realizar calibraciones de estos equipos, se observa la necesidad de realizar un diagnóstico de los métodos empleados para las evaluaciones de equipo de medición de concentración por métodos optoelectrónicos, sacarímetro polarimétrico; aún y cuando estos métodos de medición estén de acuerdo con normativas/recomendaciones de amplio reconocimiento (ICUMSA SPS1 – OIML R14), se hace necesario la realización de éste diagnóstico para enmarcar la situación metrológica de estos equipos en el área centroamericana, y específicamente en Guatemala.

Para poder realizar este diagnóstico se realizarán intercomparaciones entre las celdas de cuarzo utilizadas in-situ, esto es los estándares con los que cuentan las fábricas nacionales de azúcar, comparados contra estándares de trazabilidad conocida mantenidos a condiciones controladas. También se realizarán comparaciones entre los polarímetros utilizados en el campo y un polarímetro que se ha mantenido en condiciones controladas.

Con estos datos, se espera poder realizar una evaluación cuantitativa del método de verificación utilizado en la polarimetría en Guatemala, y determinar valores de incertidumbre.

1 MARCO TEÓRICO

1.1 Calibración de instrumentos

Calibración es la medición exacta y la comparación de los valores de obtenidos por un instrumento, comparado contra un patrón conocido. A través de una interpretación adecuada de los resultados de esa comparación; es posible identificar y corregir errores en los instrumentos de medición. Comercialmente, se conoce a la calibración como el procedimiento requerido para ajustar un instrumento, y dejarlo exactamente dentro de las especificaciones para las que el instrumento fue fabricado. Ref. 9

Ya que los instrumentos, son los dispositivos que realizan las mediciones y el control del sistema; únicamente cuando cada instrumento éste exactamente dentro de sus especificaciones se puede garantizar la confiabilidad de un sistema. Ref. 9

Una calibración no garantiza el buen funcionamiento de un instrumento, generalmente determina si un instrumento cumplirá con las especificaciones de precisión y rango en las que se va a utilizar.

Generalmente las calibraciones se refieren a la verificación del fabricante de que un instrumento es capaz de indicar, registrar o controlar las variables del sistema a los valores establecidos para una aplicación industrial específica.

1.2 Tipos de estándares de referencia para calibración

El estándar primario es una unidad de valor absoluto extremadamente precisa, certificada por el National Bureau of Standards (NBS), que está dentro de las tolerancias permisibles para las unidades absolutas de medición de dicho parámetro, conservadas en el NBS de Washington, DC. Normalmente, los fabricantes de instrumentos y algunos usuarios importantes son los únicos grupos que poseen estándares primarios. Los costos hacen prohibitiva, en muchos casos, la adquisición y mantenimiento de estos estándares. Están certificados por el NBS y se utilizan para calibrar instrumentos vendidos como estándares secundarios para la calibración de instrumentos industriales.

Luego se tienen los estándares secundarios, el intervalo de la calibración de estos depende de la exactitud y del tipo de estándar que se mantiene. El período o intervalo de calibración para instrumentos industriales varía desde semanas hasta años (sic), y depende de varios factores; entre ellos, la clase de servicio en que se empleen. Cuando la exactitud es un factor muy importante, se puede realizar un análisis comparativo costo/beneficio entre la frecuencia de calibraciones y la adquisición de equipo nuevo con garantía de fábrica.

Un estándar debe ser más exacto que el instrumento que se está calibrando por lo menos en un factor de 10, y también que el estándar de referencia debe tener la confiabilidad y la exactitud que se requiera para dicha aplicación.

1.3 Patrones de calibración

Un patrón puede ser un instrumento de medida, una medida materializada,

un material de referencia o un sistema de medida destinado a definir, realizar o reproducir una unidad o varios valores de magnitud, para que sirvan de referencia. Ref. 6

Por ejemplo, la unidad de magnitud “masa”, en su forma materializada, es un cilindro de metal de 1kg, y un bloque calibrador representa ciertos valores de magnitud “longitud”.

La jerarquía de los patrones comienza desde el patrón internacional en el vértice y va descendiendo hasta el patrón de trabajo. Las definiciones de estos términos, según se citan en el Vocabulario Internacional de Términos Básicos y generales en Metrología se indican a continuación (Ref. 6):

1.3.1 Patrón primario

Patrón que es designado o ampliamente reconocido como poseedor de las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor se acepta sin referirse a otros patrones de la misma magnitud.

1.3.2 Patrón nacional

Patrón reconocido por la legislación nacional para servir de base, en un país, en la asignación de valores a otros patrones de la magnitud afectada.

1.3.3 Patrón internacional

Patrón reconocido por un acuerdo internacional para servir de base internacionalmente en la asignación de valores a otros patrones de la magnitud afectada.

La custodia del patrón internacional corresponde a la Oficina Internacional de Pesos y Medidas (BIPM) en Sèvres, cerca de París. El patrón más antiguo en uso es el prototipo del Kilogramo.

1.3.4 Patrón secundario

Patrón cuyo valor se asigna por la comparación con un patrón primario de la misma magnitud, normalmente los patrones primarios son utilizados para calibrar patrones secundarios.

1.3.5 Patrón de trabajo

Patrón que se utiliza corrientemente para calibrar o controlar medidas materializadas, instrumentos de medición o materiales de referencia.

1.3.6 Patrón de referencia

Patrón en general, de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado o en una organización determinada, de la cual se derivan las mediciones efectuadas en dicho lugar.

Los laboratorios de calibración mantienen los patrones de referencia para calibrar sus patrones de trabajo.

1.3.7 Patrón de transferencia

Patrón utilizado como intermediario para comparar patrones.

1.3.8 Patrón viajero

Patrón, algunas veces de construcción especial, diseñado para el transporte entre distintos emplazamientos utilizado para la intercomparación de patrones.

El comportamiento de los equipos de medición y ensayos pueden cambiar con pasar del tiempo gracias a la influencia ambiental, es decir, el desgaste natural, la sobrecarga o por un uso inapropiado. La exactitud de la medida dada por un equipo necesita ser comprobado de vez en cuando.

Para poder realizar esto, el valor de una cantidad medida por el equipo se comparará con el valor de la misma cantidad proporcionada por un patrón de medida, o calibración definido arriba. La comparación con patrones revela si la exactitud del equipo de medida está dentro de las tolerancias especificadas por el fabricante o dentro de los márgenes de error prescrito.

Los resultados de la calibración, que demuestra la desviación respecto al patrón que representa el valor correcto, se pueden utilizar para corregir lecturas de medida o para diseñar una Gráfica de corrección.

Realmente la confirmación Metrológica comprende un conjunto de pasos y operaciones necesarias para asegurar de que el equipo cumpla con los requisitos exigidos para su uso. La calibración es parte esencial del proceso de la confirmación Metrológica.

Al elegir patrones de medida para el ejercicio de calibraciones es esencial utilizar patrones que sean trazables a patrones nacionales o internacionales.

1.4 Metrología

“La Metrología es la ciencia de la medida”. Las medidas y la metrología son esenciales y prácticamente para todas las facetas del desarrollo del hombre debido a que son utilizadas en actividades que van desde el control de la producción, la medida de la calidad del medio ambiente, la evaluación de la salud, seguridad y los ensayos relativos a la calidad de los materiales, alimentos y otros productos, hasta la garantía de un comercio justo y la protección de los consumidores. Existe también la Metrotécnica que es la ciencia o la técnica de la medida. Ref. 6

La metrología tiene varios campos: metrología legal, metrología industrial y metrología científica son divisiones que se ha aceptado en el mundo encargadas en cubrir todos los aspectos técnicos y prácticos de las mediciones (Ref. 7)

1.4.1 La metrología legal

Este término está relacionado con los requisitos técnicos obligatorios. Un servicio de metrología legal comprueba estos requisitos con el fin de garantizar medidas correctas en áreas de interés público, como el comercio, la salud, el medio ambiente y la seguridad. El alcance de la metrología legal depende de las reglamentaciones nacionales y puede variar de un país a otro.

El Objetivo de la metrología legal, básicamente es dar certeza al público en general acerca de los instrumentos de medición y los procedimientos que se utilizan, por ejemplo:

Si se compra una balanza de baño para saber cual es la masa corporal

debe tener la seguridad de que este instrumento cumple con las condiciones necesarias.

Muchas balanzas en los establecimientos comerciales, pueden encontrarse alteradas, originando alteración en el peso y que el cliente pague más de lo debido.

En la Metrología Legal, se encuentran varios aspectos básicos:

- A. Disponer de La Ley de Metrología.
- B. Contar con personal capacitado.
- C. Equipos sofisticados, los equipos deben estar en una edificación acorde y segura.
- D. Argumentar y Coordinar todo lo relacionado al campo laboral.

1.4.2 La Metrología Industrial

Esta disciplina se centra en las medidas aplicadas a la producción y el control de la calidad.

Materias típicas son los procedimientos e intervalos de calibración, el control de los procesos de medición y la gestión de los equipos de medida.

El término se utiliza frecuentemente para describir las actividades metrológicas que se llevan a cabo en materia industrial, podríamos decir que es

la parte de ayuda a la industria.

En la Metrología industrial la personas tiene la alternativa de poder mandar su instrumento y equipo a verificarlo bien sea, en el país o en el exterior. Tiene posibilidades de controlar más este sector, la metrología industrial ayuda a la industria en su producción, aquí se distribuye el costo, la ganancia.

1.4.3 La Metrología Científica

También conocida como “metrología general”. “Es la parte de la Metrología que se ocupa a los problemas comunes a todas las cuestiones metrológicas, independientemente de la magnitud de la medida”.

Se ocupa de los problemas teóricos y prácticos relacionados con las unidades de medida (como la estructura de un sistema de unidades o la conversión de las unidades de medida en fórmulas), del problema de los errores en la medida; del problema en las propiedades metrológicas de los instrumentos de medidas aplicables independientemente de la magnitud involucrada.

En la Metrología hay diferentes áreas específicas. Algunas de ellas son las siguientes:

- A. Metrología de masa, que se ocupa de las medidas de masa.
- B. Metrología dimensional, encargada de las medidas de longitudes y ángulos.
- C. Metrología de la temperatura, que se refiere a las medidas de las

temperaturas.

D. Metrología química, que se refiere a todos los tipos de mediciones en la química.

El desarrollo de la metrología proporciona múltiples beneficios al mundo industrial, como veremos a continuación:

A. Promueve el desarrollo de un sistema armonizado de medidas, análisis ensayos exactos, necesarios para que la industria sea competitiva.

B. Facilita a la industria las herramientas de medida necesarias para la investigación y desarrollo de campos determinados y para definir y controlar mejor la calidad de los productos.

C. Perfecciona los métodos y medios de medición.

D. Facilita el intercambio de información científica y técnica.

E. Posibilita una mayor normalización internacional de productos en general, maquinaria, equipos y medios de medición.

La metrología es decisiva en el comercio internacional debido a que proporciona los medios técnicos necesarios para asegurar medidas correctas, mediante la implementación de un sistema armonizado de medición compuesto por el Sistema Internacional de Unidades (SI), la exactitud de los instrumentos de medidas cumpliendo con normas internacionales y los métodos y procedimientos validados: la medición entra en prácticamente todas las operaciones comerciales, desde el comercio del producto a granel (como los minerales, el petróleo y el gas natural) hasta la venta minorista de productos al público en el mercado.

Existen sin fin de ejemplo que podremos citar y los cuales demuestran la importancia que tiene la metrología, alguno de ellos son los siguientes:

A. El precio de los productos comercializados se deriva de la cantidad que está involucrada en ellos, la cual normalmente se determina por medición. Los precios correctos obviamente dependerán de mediciones correctas. Para lograr estas mediciones es necesario verificar y calibrar los instrumentos de medidas. En ambos casos, el comportamiento de un equipo de medida se compara con el de un instrumento de medida con mayor exactitud, conocido como patrón de medida

B. La tarea de asegurar la verificación de instrumentos de medida y la vigilancia de su uso en el comercio recae en los Servicios Nacionales de Metrología.

C. Además de la cantidad, la calidad de los productos y su conformidad con las normas son conceptos esenciales en el comercio internacional. El control de la calidad y la conformidad requiere en muchos casos de mediciones, los resultados de las medidas deben ser indudables si se espera confianza en los resultados del ensayo y en la aceptación de los certificados. Los laboratorios de calibración debe cerciorarse de que sus mediciones y el equipo de ensayo son debidamente calibrados.

1.5 Laboratorios metrológicos

Cualquier instalación bien equipada para la calibración de instrumentos industriales debe contar con equipos para establecer estándares y parámetros para temperatura, presión, flujo, peso, tiempo, voltaje, corriente, potencia, resistencia, capacitancia, velocidad, frecuencia, radioactividad y concentración, en función de los requerimientos de la industria a la que se le provee servicio.

Ref. 11

1.6 Mediciones

Una medición consiste en obtener la cantidad de veces que una cierta magnitud unidad se encuentra contenida entre límites fijados. Estos límites no siempre son visibles o perfectamente determinados, como en el caso de medición de diámetros, profundidades, espesores, etc. en los cuales se deben tomar distancia entre dos planos paralelos o entre superficies cilíndricas o esféricas. Ref. 11

1.6.1 Exactitud y precisión

Las medidas obtenidas nunca son exactas, es decir, no se obtienen los valores reales, ya que la medida obtenida dependerá de la apreciación del instrumento o herramienta empleada (menor división del instrumento: m, dm, cm, mm, μ , etc.), de su precisión (desgaste, divisiones inexactas o irregulares), de las condiciones ambientales (influencia de la temperatura, etc.) y de la habilidad del operador que la efectúa (error de paralaje).

La menor división del instrumento empleado dará el grado de apreciación de la medición efectuada cuando se mide directamente. Por ejemplo, con una cinta graduada con divisiones de 1 milímetro se obtendrán lecturas directas milimétricas.

La precisión de la medida obtenida dependerá tanto de la calidad del instrumento, de la menor división del mismo, como de la habilidad del operador. Este último podrá apreciar a “ojo” si el tamaño de la menor división lo permitiera, cual es la medida más aproximada a la real.

Error de medición (e): cuando se mide se introducen errores en la medición, siendo este error (e) igual a la diferencia entre el verdadero valor (m) y la medida realizada (m_i):

$$e = m - m_i$$

Ecuación I

1.6.2 Errores

En ciencia e ingeniería el concepto de error tiene un significado diferente al utilizado coloquialmente, está asociado al concepto de incertidumbre. En cualquier medición, por lo tanto, se trata de conocer las cotas o límites superiores e inferiores de estas incertidumbres. Ya que toda medición viene implícita en los métodos e instrumentos utilizados, la destreza del analista, entre otros; así se pueden hablar de varios tipos de errores. Ref. 7

Existen dos tipos de errores, *errores sistemáticos* y *errores accidentales*. Los errores sistemáticos son causados por defecto del instrumento, del método empleado o por fallas del observador. Son difíciles de detectar, y por más mediciones que se hagan siempre estarán todas ellas afectadas del mismo error. Son difíciles de eliminar. Los errores accidentales son producidos por causas fortuitas y accidentales. Varían al azar, pudiendo producirse en un sentido o en otro (en más o en menos) y no tienen siempre el mismo valor absoluto. Son muy frecuentes y se presentan por ejemplo debido a la coincidencia entre índice y escala, a descuidos por parte del observador, etc. Por producirse al azar es posible disminuirlos, según la teoría de errores de Gauss, mediante la aplicación de la teoría de las probabilidades. Para ello se hacen n mediciones, $m_1, m_2, m_3, \dots, m_n$ resultando el valor más probable (Ref. 7):

$$\bar{m} = \frac{\sum m_i}{n}$$

Ecuación II

Siendo

$$x_i = \bar{m} - m_i$$

Ecuación III

donde es x_i el error cometido de la medición efectuada respecto del valor más probable, que es igual en ambas direcciones, es decir $+x_i$ o $-x_i$. Por lo tanto, por ser los errores cometidos en ambas direcciones de igual valor absoluto pero de signos diferentes, se anularan mutuamente, resultando:

$$\sum_{x=1}^n x_i = 0$$

Ecuación IV

Para evitar esta situación se toma la sumatoria de los cuadrados de los x_i , se los divide por el número de mediciones n y se le extrae la raíz cuadrada, obteniéndose el error medio cuadrático:

$$\Delta m_c = \sqrt{\frac{\sum x_i^2}{n}}$$

Ecuación V

Gauss da una función $\varphi(x)$ llamada *función error de Gauss* que da la probabilidad de obtener un cierto error x_i dentro de un cierto intervalo cuando se hace un número grande de medidas independientes; la gráfica de esta función es la llamada *campana de Gauss*.

La probabilidad de cometer errores pequeños es grande en tanto que la de cometer errores grandes es pequeña.

Si la verdadera medida es m , el error verdadero de la media estará dado por la expresión:

$$\Delta m = m - \bar{m}$$

Ecuación VI

El cual, en función del error medio cuadrático se puede demostrar que es:

$$\Delta m = \sqrt{\frac{\Delta m_c^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum x_i^2}{n(n-1)}}$$

Ecuación VII

Por lo tanto, para obtener la magnitud m , luego de efectuar n mediciones, de la (Ecuación 4-7) se obtiene, teniendo en cuenta el doble signo de la raíz cuadrada:

$$m = \pm \Delta m$$

Ecuación VIII

$$\bar{m} - \Delta m \leq m \leq \bar{m} + \Delta m$$

Ecuación IX

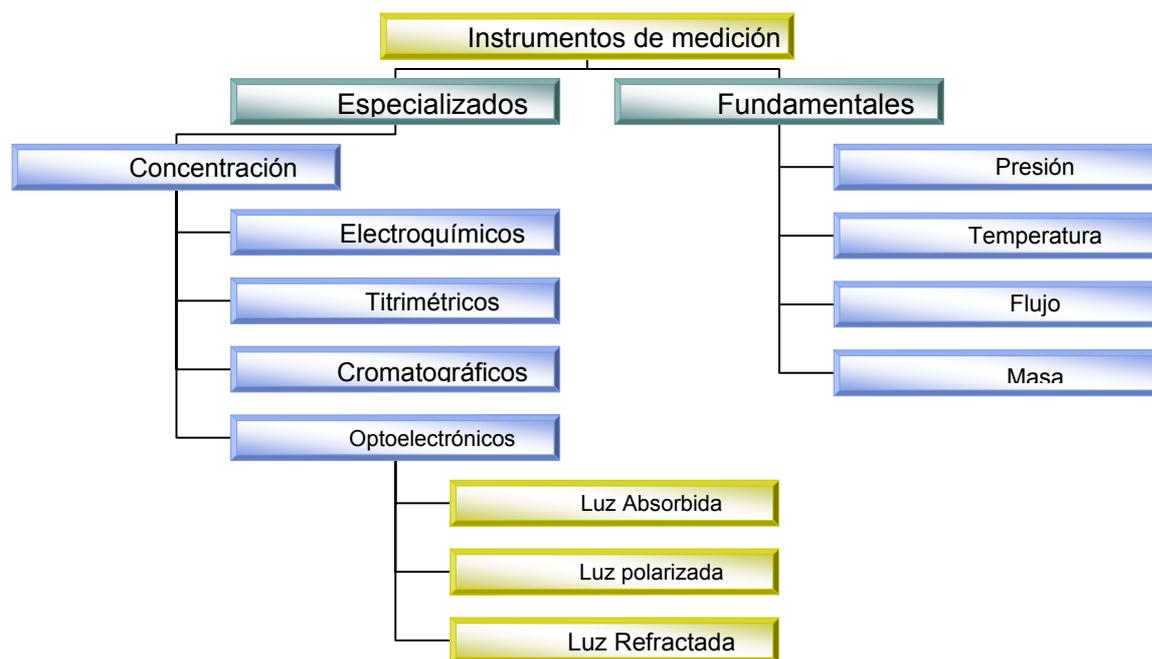
Es decir que el valor verdadero de la medición estará comprendido entre ambos extremos del intervalo, siendo este último menor, cuanto más mediciones se realicen. Para aplicar la teoría de Gauss es necesario que sea $\sum x_i = 0$, lo que se cumple en la práctica cuando es $\sum x_i \ll \sum |x_i|$.

1.7 Instrumentación

1.7.1 Clasificación de los instrumentos

Se puede realizar una clasificación de los instrumentos de medición, como instrumentos fundamentales e instrumentos especializados, para el caso de esta investigación; se propone la siguiente clasificación:

Figura 1. Clasificación básica de la instrumentación.



1.8 Instrumentos de medición optoelectrónicos

Los instrumentos utilizados en química analítica de tipo electrónica óptica, como los espectrofotómetros, polarímetros, refractómetros y colorímetros, tienen un uso muy extendido en diversas aplicaciones; desde las industrias farmacéuticas, petroleras, químicas, azucareras y alimenticias, por mencionar algunas aplicaciones de uso común.

1.8.1 Polarimetría

El término polarimetría se refiere usualmente a las investigaciones cuantitativas de cualquiera de los siguientes dos procesos que pueden ocurrir en luz polarizada cuando interactúa en materia anisotrópica:

- A. Un cambio en la dirección de la vibración
- B. Un cambio en el estado de la vibración

Las sustancias que no producen cambio alguno se denominan, isotrópicas; esto forzosamente determina el significado de las anisotrópicas. Ref. 14

El cambio en la dirección de la vibración en luz linealmente polarizada a través del paso por materia anisotrópica es llamada “polarización rotatoria” o “rotación óptica”, si el efecto se debe a refracción anisotrópica. Si es causada por absorción o difusión anisotrópica no se debería denominar rotación óptica si no dicroísmo. Sustancias que causan polarización rotatoria se dice que tienen poder rotatorio o son sustancias ópticamente activas. Ref. 14

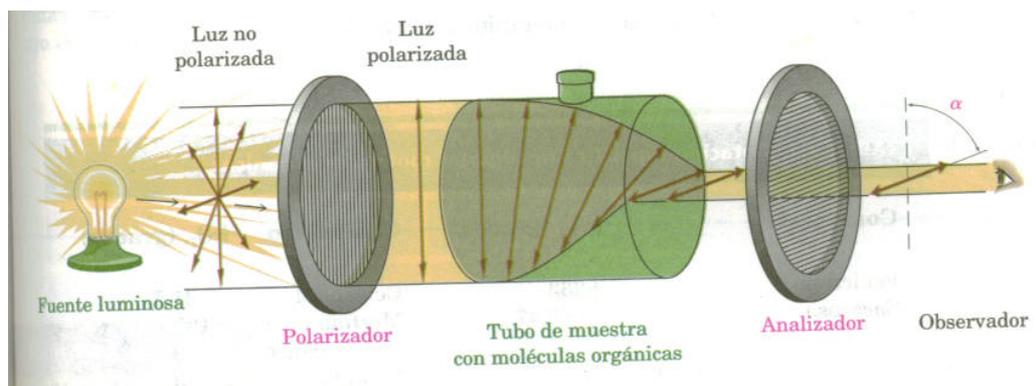
El estudio de la estereoquímica tuvo sus orígenes en los trabajos de Jean Baptiste Biot, científico francés que investigaba la naturaleza de la luz polarizada en un plano. Un haz de luz ordinaria está formado por ondas electromagnéticas que oscilan en una cantidad infinita de lados y las direcciones forman ángulo recto con la dirección de propagación de la luz. Sin embargo, cuando un haz de luz ordinaria pasa por un dispositivo llamado polarizador, sólo lo atraviesan las ondas luminosas que oscilan en *un* plano, de ahí el nombre de luz polarizada en un plano. Las ondas luminosas en los demás planos son detenidas. Ref. 8

Biot hizo la notable observación que, cuando un haz de luz polarizada en un plano atraviesa una solución de ciertas moléculas orgánicas, como azúcar y alcanfor, el plano de polarización *gira*. No todas las sustancias orgánicas tienen esta propiedad, pero las que la presentan se llaman **óptimamente activas**. Ref. 8

Se puede medir la cantidad de rotación con un instrumento denominado polarímetro, cuyo esquema se ve en la figura. Una solución de moléculas orgánicas con actividad óptica se coloca en un tubo de muestra, un haz de luz polarizada en un plano atraviesa el tubo y se origina la rotación del plano de polarización. A continuación la luz pasa por un segundo polarizador, llamado *analizador*. Si se hace girar el analizador hasta que atraviese la luz, se podrá determinar el nuevo plano de polarización y se podrá decir hasta qué grado se ha producido la rotación. La cantidad de rotación se representa con α y se expresa en grados. Ref. 14

Además de determinar el grado de rotación, también se puede conocer la dirección. Desde el punto de referencia de un observador que vea de frente el analizador, unas moléculas ópticamente activas hacen girar la luz polarizada hacia la izquierda (en sentido contrario al de las manecillas del reloj) y se llaman **levorrotatorias**, mientras que hay otras que la giran a la derecha (en el sentido de las manecillas del reloj) y se denominan **dextrorrotatorias**. Por convención, se asigna un signo menos (-) a la rotación hacia la izquierda y a la rotación a la derecha un signo de (+). Ref. 8

Figura 2. Diagrama de un sacarámetro polarimétrico. Fuente Ref.8



1.8.2 Sacarosa - sucrosa

La sacarosa o azúcar de mesa común está entre los compuestos químicos puros más abundantes en el mundo y es uno de los más conocidos por quienes no son químicos. Sea como azúcar de caña (20% en peso) o azúcar de remolacha (15%) y que éste refinada o no, toda el azúcar de mesa es sacarosa. La sacarosa es un disacárido que por hidrólisis produce un equivalente de glucosa y otro de fructosa. Esta mezcla 1:1 de glucosa y fructosa, con frecuencia se conoce como azúcar invertida, ya que cambia el signo de la rotación óptica (se invierte), durante la hidrólisis de Sacarosa ($[\alpha]_D = + 66.5^\circ$) a

una mezcla de glucosa/fructosa ($[\alpha]_D \approx -22.0^\circ$). Algunos insectos, como las abejas, tienen enzimas llamadas invertasas que catalizan la hidrólisis de sacarosa a una mezcla de glucosa/fructosa. En efecto, la miel es principalmente una mezcla de glucosa, fructosa y sacarosa. A diferencia de la mayor parte de otros disacáridos, la sacarosa no es un azúcar reductor y no presenta mutarrotación. Estas observaciones significan que la sacarosa no es un hemiacetal y sugieren que la glucosa y fructosa deben presentar como glicósidos. Esto solo es posible si los dos azúcares están unidos por un enlace glicosídico entre los carbonos anoméricos de ambas – C1 de glucosa y C2 de fructosa. Ref. 8

1.8.2.1 Rotación específica

La polarimetría depende de la cantidad de moléculas ópticamente activas que encuentre el haz luminoso, cuanto mas moléculas haya en el trayecto; mayor rotación observada. Así, la cantidad de rotación depende tanto de la concentración de la muestra como de la longitud del rayo en la muestra. Si se duplica la concentración, la rotación observada se duplica. De igual manera, si se mantiene constante la concentración y se duplica la longitud del tubo de la muestra, la rotación observada se duplica. También sucede que la cantidad de rotación depende de la longitud de onda de la luz que se utilice. Ref. 2

Para expresar los datos de rotación óptica en una forma lógica, a fin de establecer comparaciones se deben escoger condiciones normales. La rotación específica, $[\alpha]_D$ de un compuesto se define como la rotación observada cuando la trayectoria L en la muestra mide un 1 dm, la concentración de la muestra C es 1 mg/mL y se utiliza luz de 589 nm de longitud de onda. Esta luz de 589 nm, es llamada la línea D del sodio, es la luz amarilla que emiten los arbotantes de la luz en el alumbrado público. Ref. 8

$$\alpha_D = \frac{\text{Rotación}_{\text{observada}}(\text{grados})}{\text{Longitud}_{\text{de}}_{\text{Trayectoria}, l(\text{dm}) \times \text{Concentración}, C(\text{g} / \text{mL})} = \frac{\alpha}{l \times C}$$

Ecuación X

Cuando se expresan los datos de rotación óptica de ésta manera normalizada, la rotación específica de $[\alpha]_D$ es una constante física, característica de determinado compuesto ópticamente activo. Ref. 8

1.8.2.2 Soluciones de azúcar y patrones

Debido a la naturaleza rotatoria de la sacarosa, se ha definida una solución normal de azúcar. Esta se refiere a una solución de 26.0 g de sacarosa pura diluida en 100.0 cm³ de agua destilada a 20.0°C, la cual provee de una lectura de exactamente 100.0 °Z. En esta escala se observa una dependencia inversamente proporcional entre los valores de concentración y lecturas del instrumento; así si se utiliza 13.0 g. de sacarosa la lectura será el doble. Ref. 10

1.9 Escala internacional de azúcar ICUMSA

La escala internacional de azúcar ICUMSA, fija las bases de los métodos polarimétricos permitiendo la determinación de las relaciones entre las rotaciones ópticas causadas por soluciones acuosas de una muestra y la causada por una solución de sacarosa pura de una concentración predefinida de acuerdo a los siguientes requerimientos:

El punto de los 100°Z de la escala internacional de Azúcar ICUMSA es fijado por la rotación óptica α realizada por luz polarizada del isótopo 198 del mercurio ($\lambda = 546.2271\text{nm}$ en el vacío), cuando al pasar a través de 200.000 mm de espesor de una solución de sacarosa en agua pura, mantenido a una temperatura de 20.00°C y conteniendo 26.0160 g de sacarosa pura pesada en el vacío por 100.000 cm³ de solución (solución normal de azúcar).

Una masa de 26.0160 g de sacarosa corresponde a 26.000 g cuando esta sacarosa es pesada en aire por medios de peso con una densidad de 8 000 kg/m³ en aire, a presión estandar de 101 325 kPa, a una temperatura de 20°C y una humedad relativa de 50% de la densidad de ese aire, que es 1.2 kg/m³

El punto de 0°Z es fijado por la indicación dada por el sacarímetro en agua pura.

En el rango de 0 a 100°Z, la escala de graduación es lineal porque la rotación óptica es prácticamente proporcional a la concentración de sacarosa en la solución.

En las condiciones dadas, 100°Z corresponden al siguiente ángulo de rotación óptica:

$$\alpha_{546.2271nm}^{20.00^{\circ}C} = (40.777 \pm 0.001)^{\circ}Z$$

Ecuación XI

Para luz de una longitud de onda diferente de la luz verde del mercurio isótopo 198 (546.2271 nm), los 100°Z están definidos por la rotación óptica que ésta dada (bajo las mismas condiciones indicadas arriba) por la fórmula:

$$\frac{\alpha_{\lambda}}{\alpha_{546.2271nm}} = a + \frac{b}{\lambda^2} + \frac{c}{\lambda^4} + \frac{d}{\lambda^8}$$

Ecuación XII

Donde

$$a = -1.7982 \times 10^{-3}$$

$$b = +2.765318 \times 10^5$$

$$c = +6.55736 \times 10^9$$

$$d = +1.03825 \times 10^{19}$$

λ = Longitud de onda de la luz en el vacío (nm)

1.10 Análisis estadísticos

Para la realización de los análisis estadísticos, se utilizará el método de los mínimos cuadrados para obtener correlaciones lineales entre las variables a estudiar. Para esto se calculará un determinante y se procederá a calcular la desviación obtenida contra una Gráfica nominal de referencia con pendiente $m = 1$ e intercepto $b = 0$.

Ecuación XIII Cálculo del determinante

$$D = \left(\frac{\sum x_i^2}{\sum x_i} * \sum_n x_i \right)$$

Ecuación XIV Cálculo de la pendiente

$$m = \frac{(\sum x_i \times y_i) \times \sum_n x_i}{\sum y_i} / D$$

Ecuación XV Cálculo del intercepto

$$b = \left(\frac{\sum x_i^2}{\sum x_i} \times \left(\sum_n x_i \times y_i \right) \right) / D$$

Al utilizar las ecuaciones 8-2 y 8-3 se puede obtener el modelo matemático para una función lineal con intercepto b y pendiente m .

Ecuación XVI Modelo de función lineal

$$y = mx + b$$

Para la estimación de las incertidumbres originadas por el método se debe

de realizar un análisis de incertidumbres.

Ecuación XVII Incertidumbre en la variable dependiente

$$\sigma_y = \sqrt{\sum \frac{D_i^2}{N-2}}$$

Ecuación XVIII Incertidumbre en la pendiente

$$\sigma_m^2 = \frac{\sigma_y^2 \times N}{D}$$

Ecuación XIX Incertidumbre en el origen

$$\sigma_b^2 = \frac{\sigma_y^2 \times \sum x_i^2}{D}$$

2 METODOLOGÍA

2.1 Equipo

Para realizar las mediciones se utilizó el polarímetro para medición de soluciones de sacarosa, y Placa de Cuarzo. Con lo que se realizó la verificación de aptitud del instrumento y sus celdas de cuarzo patrón; esto disponible en un laboratorio que realiza el servicio de mantenimiento en el área centroamericana, utilizando para esto dos longitudes de onda diferentes.

2.1.1 Polarímetro

Marca Schmidt und Haensch. Equipo completamente automatizado, que cumple con las recomendaciones ICUMSA. Utiliza una placa de cuarzo que compara directamente la rotación de la muestra de azúcar con la del cuarzo. Utiliza luz a 882 y 587 nm. El equipo provee con resultados en la escala internacional de azúcar, ISS (Internacional Sugar Scale).

Se tomó de muestra cuatro equipos polarimétricos, del mismo modelo (MNIR) y contando con su respectivo juego de Placa de Cuarzo.

Especificaciones del Saccharomat MNIR

Tabla I Especificaciones del Saccharomat MNIR.

Rango de medición	-35 °Z hasta + 105°Z
Resolución	0.01°Z
Exactitud	+/- 0.02 °Z
Fuente de luz	Lámpara halógena
Longitud de onda λ	882 nm
Tubos de medición	Arriba de 200 mm de largo
Corrección de temperatura	Automática
Tiempo de Respuesta	5° / seg.
Normas	ICUMSA O.I.M.L Standard australiano K 157 (OIML R 14)

Fuente: Fabricante, <www.schmidt-haensch.com/v1/dattenblatt_gb/polarimetereng.pdf>

2.1.2 Patrón

Para la realización de las mediciones, se utilizaron Placa de cuarzo proveídas por el fabricante, y se realizaron intercomparaciones entre la placa de cuarzo en posesión del cliente y las Placas de Cuarzo que se han mantenido en ambientes controlados.

Las Placas de Cuarzo son patrones de medición; utilizados como prueba y ajustados para polarímetros. Delgadas Placa de cuarzo de 0.4 a 1.6 mm de espesor pulidas con gran precisión verticalmente al eje y planas paralelamente. Por razones de estabilidad mecánica, las Placa de Cuarzo con bajos ángulos de rotación (Entre -24°Z y $+24^{\circ}\text{Z}$) se fabrican generalmente como dobles Placa de Cuarzo (Combinación de Placa de Cuarzo dextro y levorotatorias). El ángulo de rotación de la placa de cuarzo es directamente proporcional a su espesor y está indicada en el Tabla II a 20°C para una longitud de onda de 589 nm.

Tabla II Especificaciones de la Placa de Cuarzo

Grados estándares de azúcar	-30, +25, +45, +50, +75, +95, +99°Z (+1°Z)
Rango de Grados de azúcar	-100 a -25 y +25 a + 100 (+1°Z)

Fuente: Schmidt und Haensch, <www.schmidt-haensch.com/v1/datenblatt_gb/Röhren_Eng2.pdf>

2.2 Procedimiento de preparación y realización de la medición

Para realizar el diagnóstico se utilizaron las recomendaciones de la norma OIML R14 e ICUMSA SPS1. Utilizando para varios sacarímetros polarimétricos dos Placas de cuarzo, realizando las mediciones a dos distintas longitudes de onda de la siguiente forma (veáse Tabla III):

Tabla III. Especificaciones de las Placa de Cuarzo (3475 & 4153)

λ Longitud de onda	$^{\circ}$ Z Placa de cuarzo 3475	$^{\circ}$ Z Placa de cuarzo 4153
882 nm	96.03	50.05
587 nm	95.87	46.96

2.2.1 Evaluación de los parámetros comportamiento placa de cuarzo – comportamiento polarímetro.

Para poder realizar el diagnóstico final del sacarímetro-placa de cuarzo (evaluación del método de calibración del polarímetro) se realizaron dos comparaciones entre los valores de grados de azúcar ° Z, comparación entre polarímetros y comparación entre patrones. Estos valores se obtuvieron al seguir los siguientes procedimientos:

2.2.1.1 Evaluación de los polarímetros utilizando placa de cuarzo constante

Ya que se cuenta con dos Placa de cuarzo que se han almacenado en condiciones controladas, se puede nombrar éstas como Placa de Cuarzo de referencia contra las cuales se realizarán las comparaciones en los diversos polarímetros de control.

Se analizaron las mediciones de la placa de cuarzo de referencia para el polarímetro de control y los diversos polarímetros de muestra, obteniendo diferentes valores de °Z, dependiendo de la placa de cuarzo a utilizar. Ya que se dispone de las Placa de Cuarzo mencionadas en el Tabla III, se utilizarán estos valores de longitudes de onda para realizar el estudio.

Con los datos de °Z obtenidos se realizaron tabulaciones de los Polarímetros de muestra vrs el polarímetro patrón utilizando placa de cuarzo constante, para determinar las desviaciones que existiesen o no, entre las medidas proveídas por los diferentes polarímetros.

2.2.1.2 Evaluación de la placa de cuarzo cuarzo utilizando polarímetro patrón constante

De igual modo, debido a que se cuenta con un polarímetro MNIR en condiciones de trazabilidad, se pueden realizar intercomparaciones entre las diversas Placa de cuarzo. Así; se tomaron las Placa de cuarzo de referencia y se comparó con el resto de las Placa de Cuarzo. Reportando finalmente valores de grados de azúcar ($^{\circ}\text{Z}$) medidos en el mismo polarímetro con las diferentes Placa de Cuarzo utilizadas.

Estos valores se tabularon y se realizaron gráficas entre la placa de cuarzo de muestra y la placa de cuarzo patrón, con las medidas realizadas bajo las mismas condiciones en el polarímetro patrón. Para determinar las desviaciones que se podrían presentar al realizar la evaluación del polarímetro utilizando diferentes Placa de Cuarzo.

Utilizando éstos dos parámetros se realizó un diagnóstico del método de verificación de equipo polarimétrico utilizado en Guatemala, bajo las normas ya mencionadas.

2.2.2 Descripción del procedimiento de realización del muestreo.

Para la realización de la metodología se construyó y llevo a cabo un proceso patrón: recepción, identificación y verificación del equipo y del patrón (**paso 1**), la recolección de datos para la realización de la evaluación metrológica de los polarímetros (**paso 2**), la recolección de datos para la evaluación metrológica de los patrones de medición; placa de cuarzo (**paso 3**). Estos tres paso se resumen en los flujogramas siguientes.

Figura 3. Recepción, identificación y verificación del equipo y del patrón (paso 1)

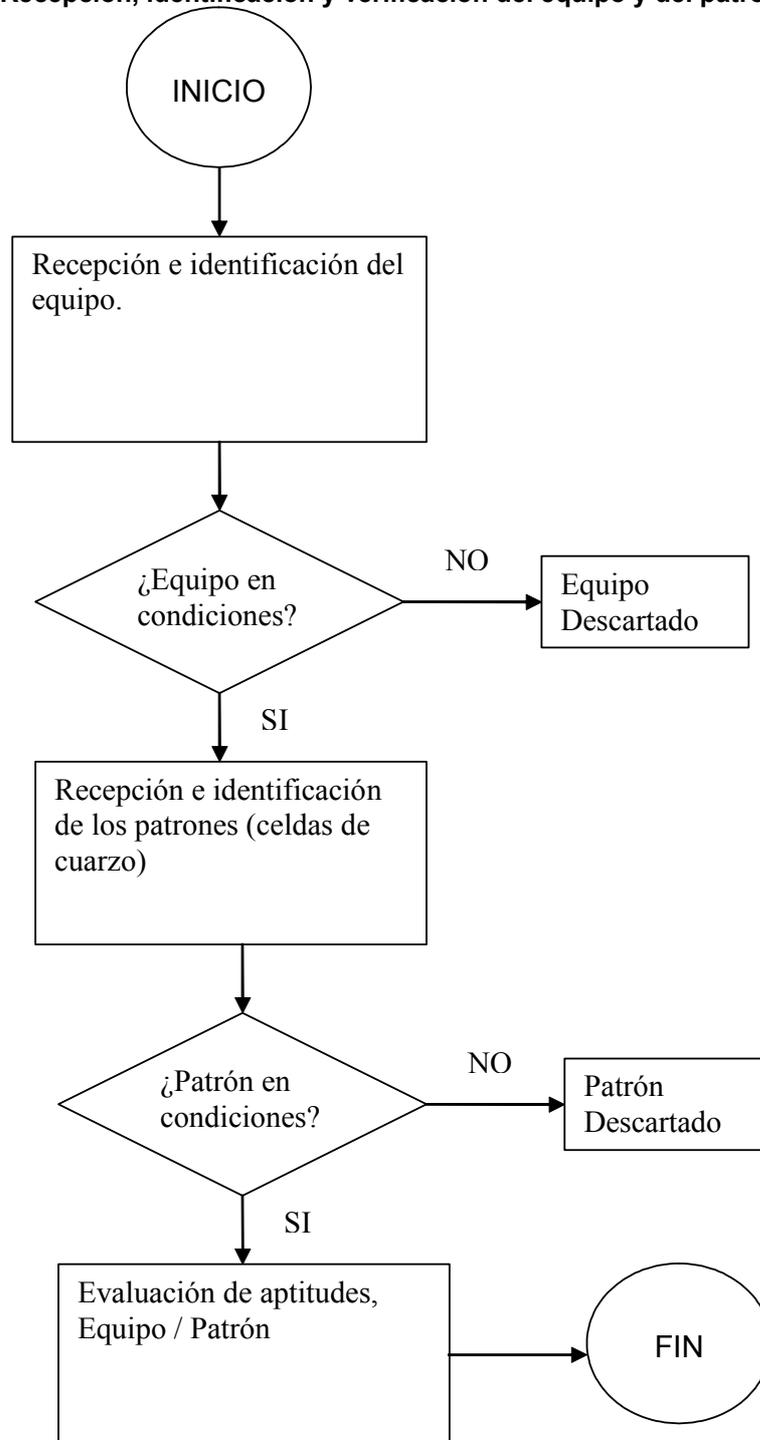


Figura 4. La recolección de datos para la realización de la evaluación metrológica de los Polarímetros (paso 2)

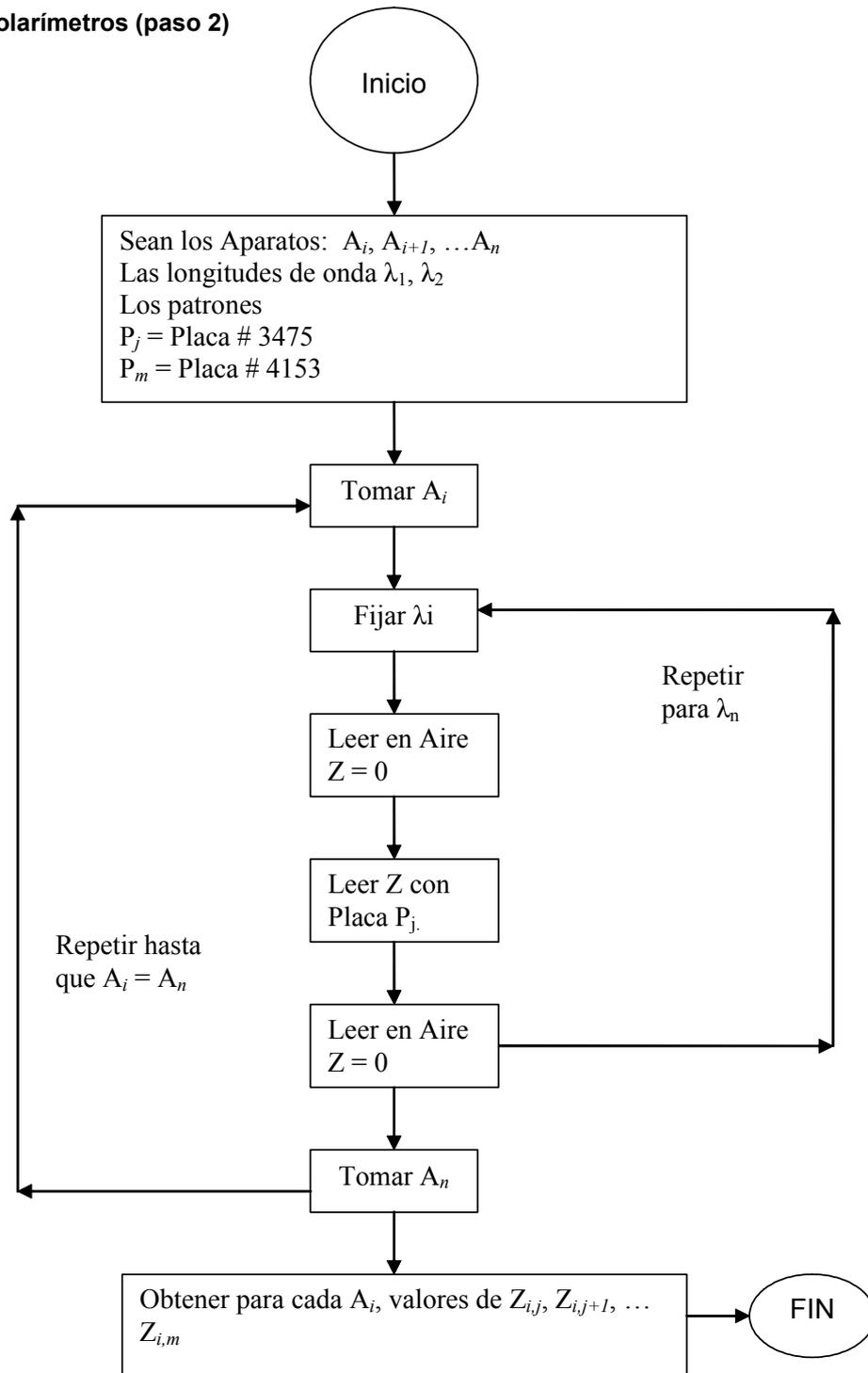
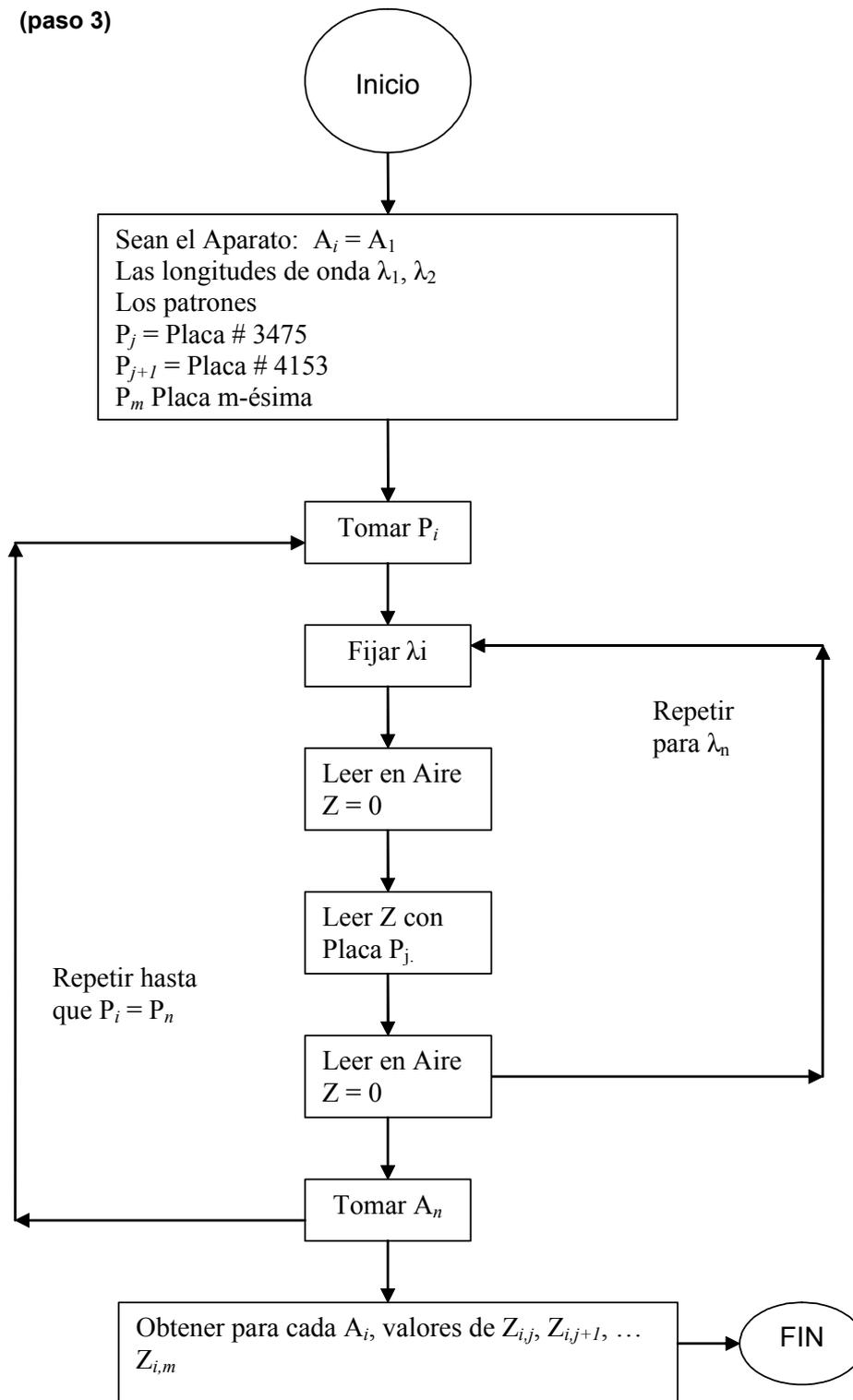


Figura 5. Toma de datos para la evaluación metrológica de los patrones de medición; (paso 3)



2.2.2.1 Análisis de datos e interpretación estadística de resultados.

Con los datos obtenidos luego de seguir los diagramas de las figuras 3, 4 y 5; se construyó una matriz de resultados de la forma:

Tabla IV Matriz Básica de Resultados

Para una λ_i constante	A_i	A_{i+1}	A_n
P_j	$Z_{i,j}$	$Z_{(i+1),j}$	$Z_{n,j}$
P_{j+1}	$Z_{i,j+1}$	$Z_{(i+1),(j+1)}$	$Z_{n,(j+1)}$
P_m	$Z_{i,m}$	$Z_{(i+1),m}$	$Z_{n,m}$

Estos resultados se analizaron a través del método de mínimos cuadrados, realizando correlaciones de datos obtenidos y encontrando las desviaciones reportadas utilizando las distintas variaciones del Tabla IV.

Tabla V Cálculos para la realización del cálculo de mínimos cuadrados

Longitud de onda realizada en Polarímetro A_i	Patrón	Patrón x	Muestra y	x^2	$x * y$	D_i	D_i^2
λ_i	P_j	$Z_{i,j}$	$Z_{i,j}$			
λ_j	P_j	$Z_{i,j}$	$Z_{i,j}$			
λ_i	P_m	$Z_{i,m}$	$Z_{i,m}$				
λ_j	P_m	$Z_{i,m}$	$Z_{i,m}$			

Tabla VI Continuación parámetros para el cálculo de mínimos cuadrados

<i>Determinante</i> D	<i>Pendiente</i> m	<i>Intercepto</i> b	<i>Desviación en y</i> σ_y	<i>Desviación de la pendiente</i> σ_m^2	<i>Desviación del Intercepto</i> σ_b^2

Para el cálculo de los mismos se utilizaron las siguientes relaciones matemáticas:

Ecuación XX Cálculo del determinante

$$D = \left(\frac{\sum x_i^2}{\sum x_i} * \sum_n x_i \right)$$

Ecuación XXI Cálculo de la pendiente

$$m = \frac{(\sum x_i \times y_i) \times \sum_n x_i}{\sum y_i} / D$$

Ecuación XXII Cálculo del intercepto

$$b = \left(\frac{\sum x_i^2}{\sum x_i} \times \left(\sum_n x_i \times y_i \right) \right) / D$$

Al utilizar las ecuaciones 8-2 y 8-3 se puede obtener el modelo matemático para una función lineal con intercepto b y pendiente m .

Ecuación XXIII Modelo de función lineal

$$y = mx + b$$

Para la estimación de las incertidumbres originadas por el método se debe de realizar un análisis de incertidumbres.

Ecuación XXIV Incertidumbre en la variable dependiente

$$\sigma_y = \sqrt{\sum \frac{D_i^2}{N-2}}$$

Ecuación XXV Incertidumbre en la pendiente

$$\sigma_m^2 = \frac{\sigma_y^2 \times N}{D}$$

Ecuación XXVI Incertidumbre en el origen

$$\sigma_b^2 = \frac{\sigma_y^2 \times \sum x_i^2}{D}$$

2.2.2.2 Presentación Gráfica de Resultados

Figura 6. Gráfica Nominal de Evaluación para un Polarímetro para placa de cuarzo 3475

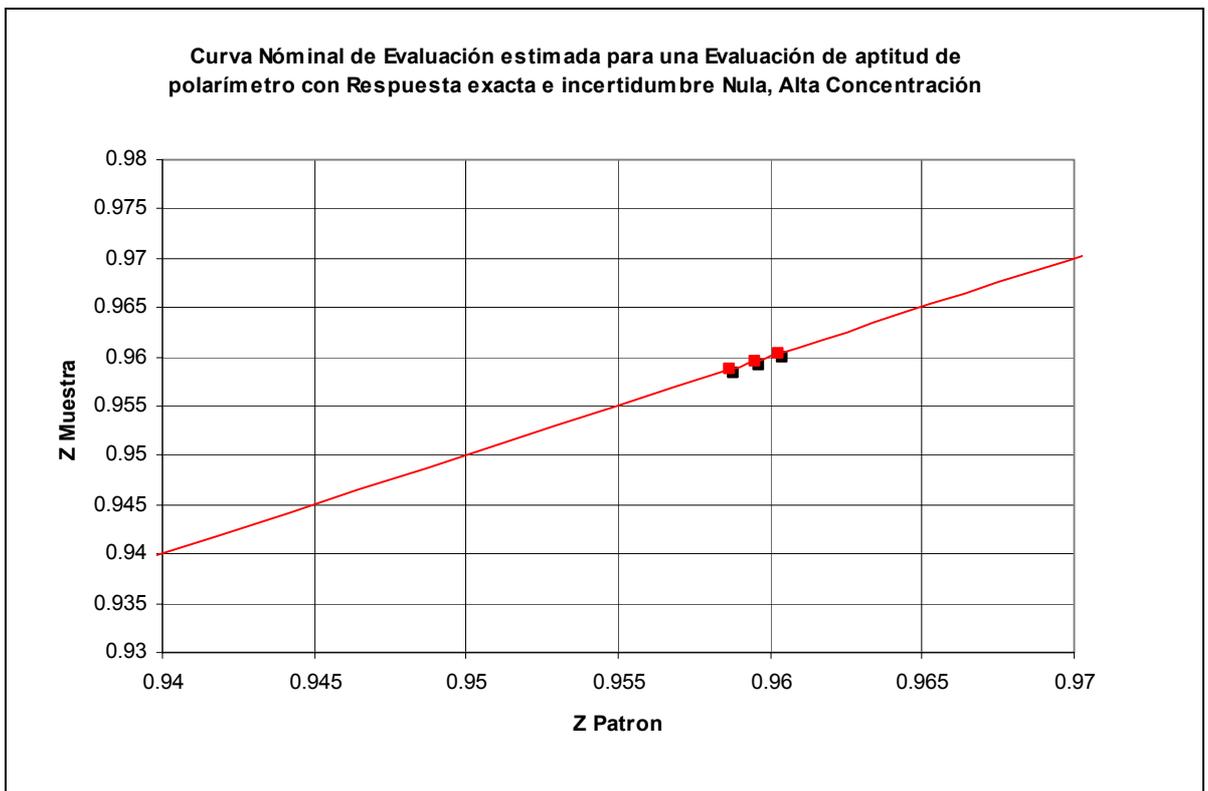
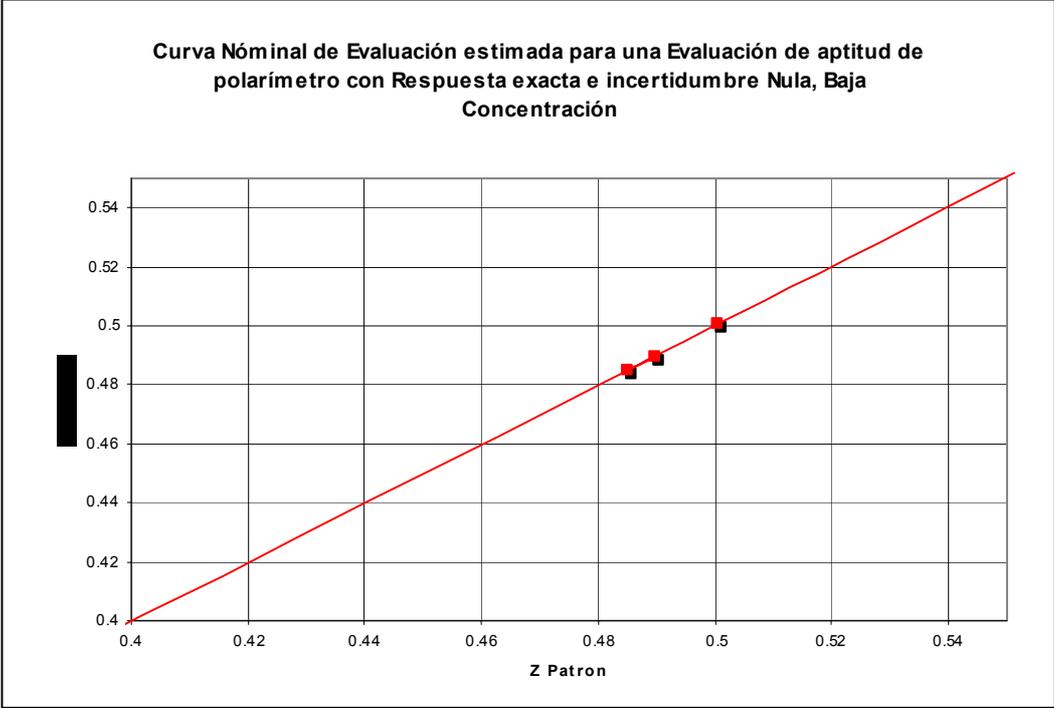


Figura 7. Gráfica Nóminal de Evaluación para un Polarímetro para placa de cuarzo 4153



2.2.2.3 Lista de verificación preliminar de polarímetros y Placa de Cuarzo

Especificaciones

Correlativo de Verificación:

Fecha: _____

1. Identificación del equipo

Análisis QQQ Sí No

Modelo: _____

2. Estado Físico del equipo

a. Apariencias generales

- Sucio
- Rayones
- Piezas defectuosas
- Todos los tornillos completos

b. Encendido

- Funciones Primarias
- Proceso de Inicio Completo
- Funcionamiento de Teclado
- Funcionamiento de Pantalla
- Verificar valor del ajuste de lámpara

RESULTADOS

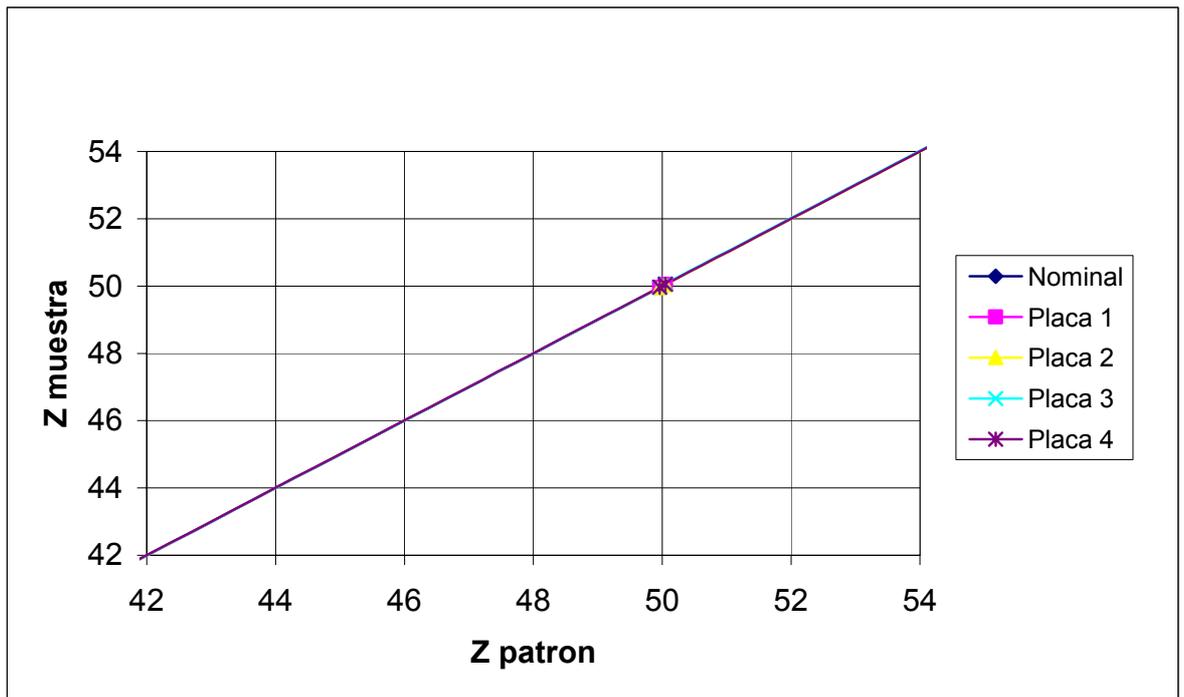
Comparación entre Placa de Cuarzo para un mismo polarímetro, resultado de incertidumbre convencional expandida.

Tabla VII Incertidumbre Convencional Expandida para cada polarímetro

Polarímetro	Incertidumbre Convencional Expandida (U 95 % k=2)	
A	882 nm	± 0.00777
	587 nm	± 0.0771
B	882 nm	± 0.0311
	587 nm	± 0.0467
C	882 nm	± 0.1821
	587 nm	± 0.0950
D	882 nm	± 0.0467
	587 nm	± 0.0000

Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 8. Gráfica de calibración para el polarímetro A, valores reportados por todas las placas en grados Internacionales de Azúcar ICUMSA, Nominales contra valores Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar, valores esperados 50.05, 46.96 °Z



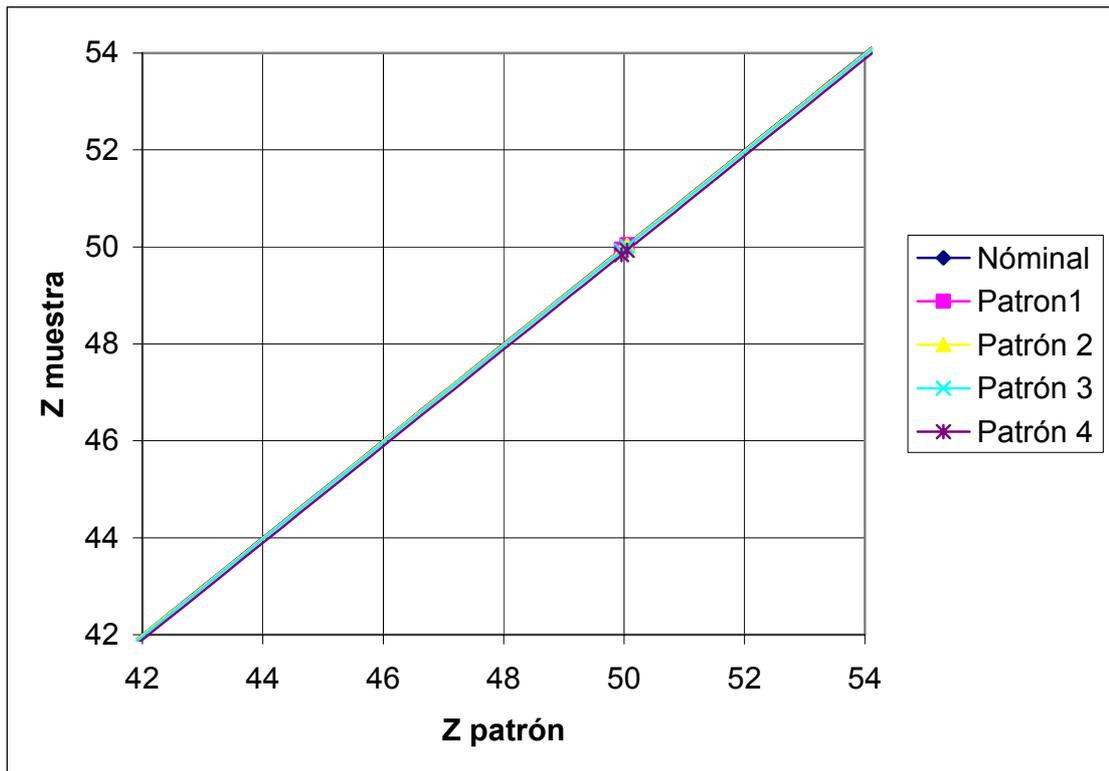
Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 9. Gráfica de calibración para el polarímetro A, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores Obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar ($^{\circ}Z$) valores esperados 96.03, 95.87 $^{\circ}Z$



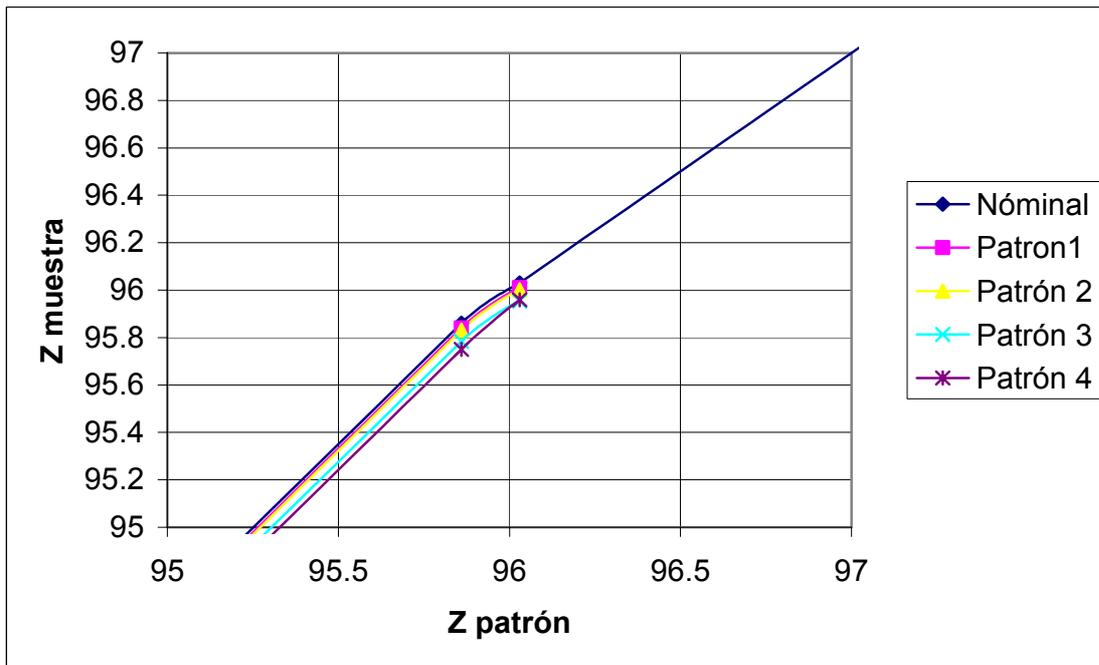
Fuente Datos Calculados, Apéndice C

Figura 10 Gráfica de calibración para el polarímetro B, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar, valores esperados 50.05, 46.96 °Z



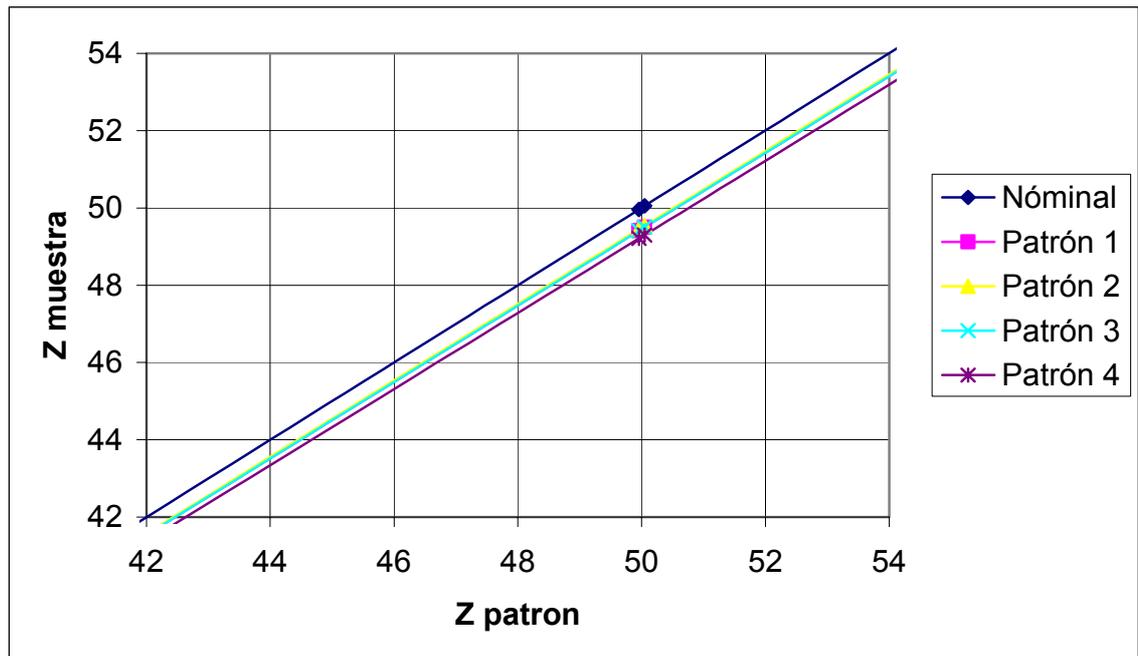
Fuente Datos Calculados, Apéndice C

Figura 11. Gráfica de calibración para el polarímetro B, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar ($^{\circ}\text{Z}$) valores esperados 96.03, 95.87 $^{\circ}\text{Z}$



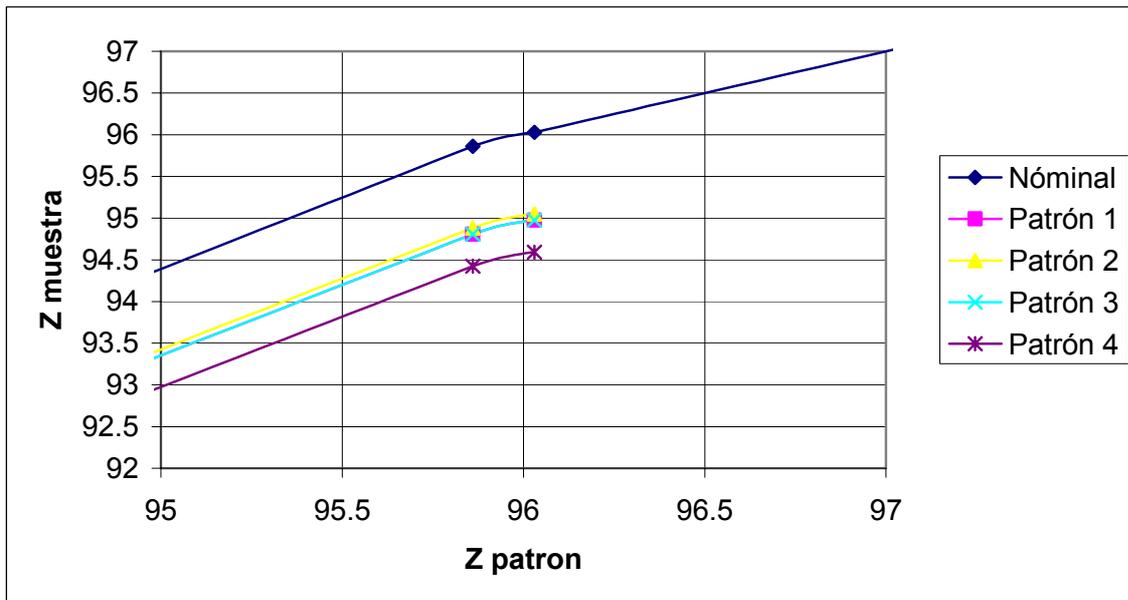
Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 12. Gráfica de calibración para el polarímetro C, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar, valores esperados 50.05, 46.96 °Z



Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 13. Gráfica de calibración para el polarímetro C, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar ($^{\circ}Z$) valores esperados 96.03, 95.87 $^{\circ}Z$



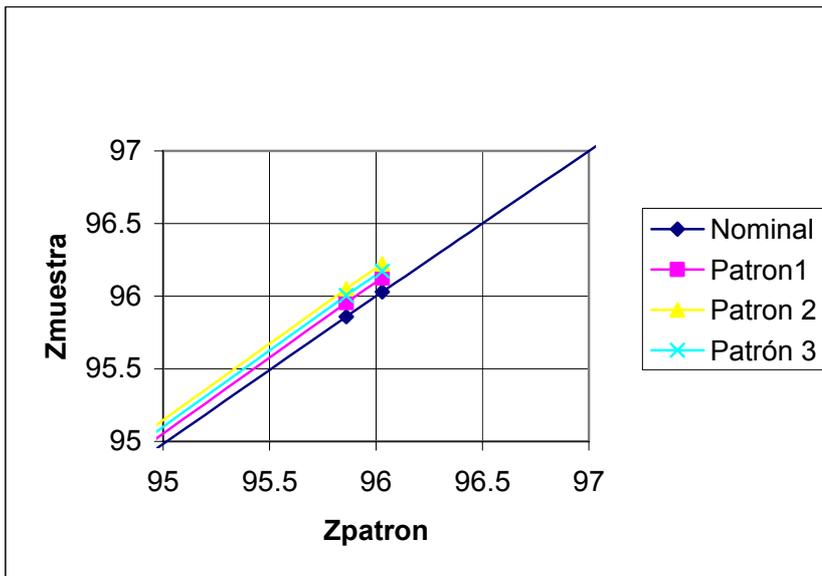
Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 14. Gráfica de calibración para el polarímetro D, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar, valores esperados 50.05, 46.96 °Z



Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 15 Gráfica de calibración para el polarímetro D, valores reportados por todas las placas en Grados de Azúcar Nominales contra valores obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar ($^{\circ}Z$) valores esperados 96.03, 95.87 $^{\circ}Z$



Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

En la Tabla VIII se resumen los valores de las pendientes, interceptos y coeficientes de correlación promedio para los polarímetros al intercompararlo con los diferentes patrones.

Tabla VIII Resultado del método de mínimos cuadrados, ajuste según una ecuación del tipo $y = (m+\sigma_m^2)X + (b+\sigma_b^2)$. Correlación de polarímetros utilizando diferentes placas de cuarzo, grados internacionales de azúcar ICUMSA

Polarímetro	A	B	C	D
Pendiente (m)	0.99994	0.9994	0.9882	1.005
Desviación en la pendiente (σ_m^2)	1.18 E -8	1.101 E -7	7.66 E -32	1.0886E-4
Intercepto (b)	0.002455	-0.0108	8.88 E-15	-0.727
Desviación en el Intercepto (σ_b^2)	5.54 E -4	5.15 E -4	3.87 E -28	5.0973E-1

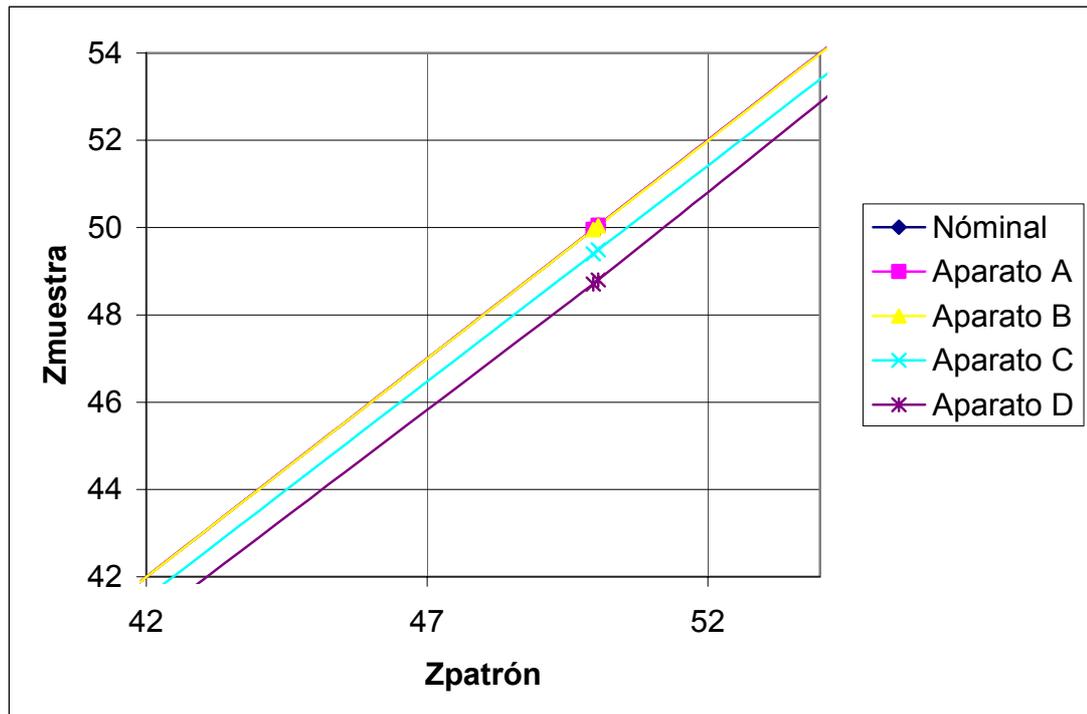
Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Tabla IX Incertidumbre Convencional expandida para cada placa de cuarzo

Placa de cuarzo	Incertidumbre Convencional Expandida (U 95 % k=2)	
1	882 nm	± 0.4840
	587 nm	± 0.5181
2	882 nm	± 0.4921
	587 nm	± 0.5154
3	882 nm	± 0.4791
	587 nm	± 0.5136
4	882 nm	± 0.6586
	587 nm	± 0.5104

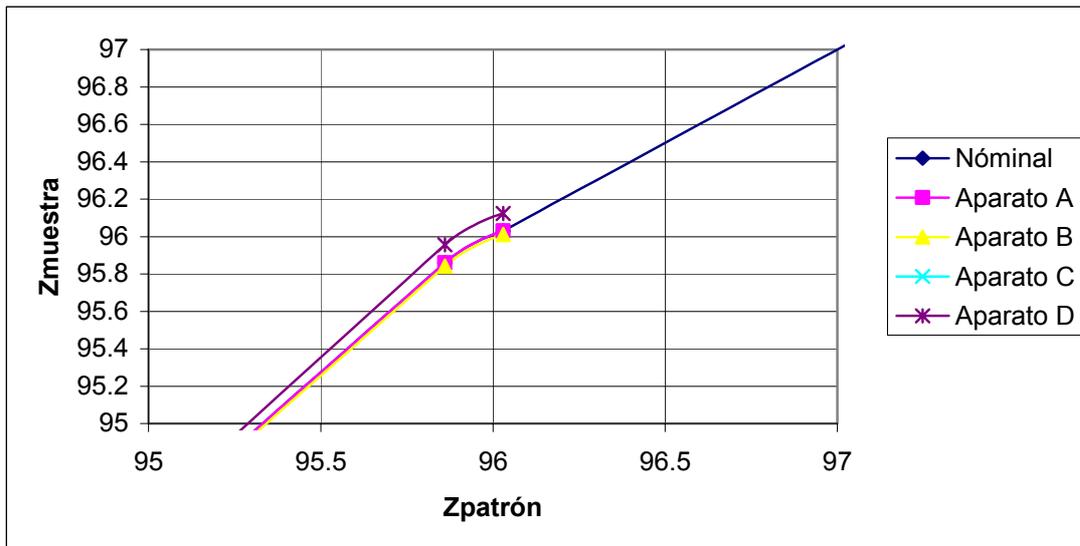
Fuente Datos Calculados, Apéndice C

Figura 16. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 1, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 50.05, 46.96 °Z



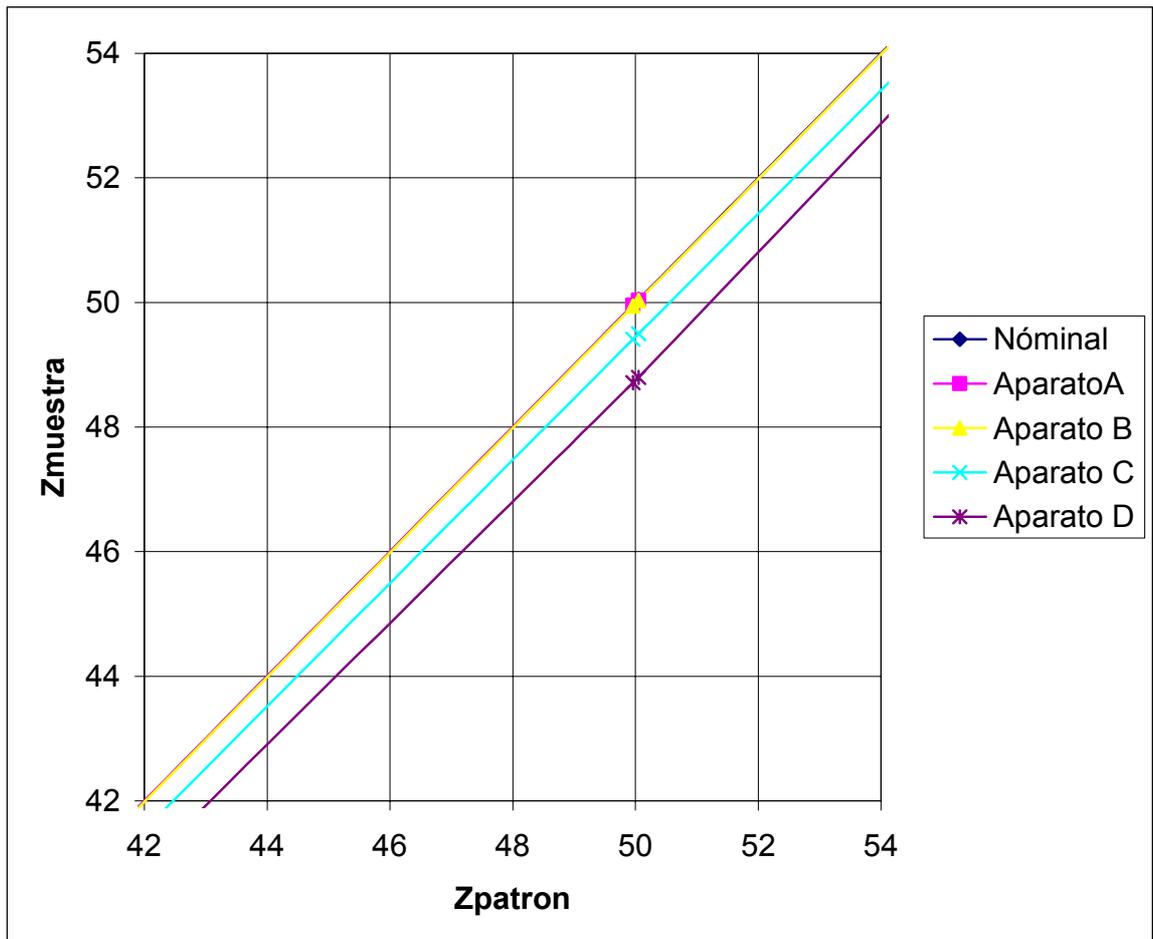
Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 17. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 1, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 96.03, 95.87 °Z



Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 18. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 2, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 50.05, 46.96 °Z



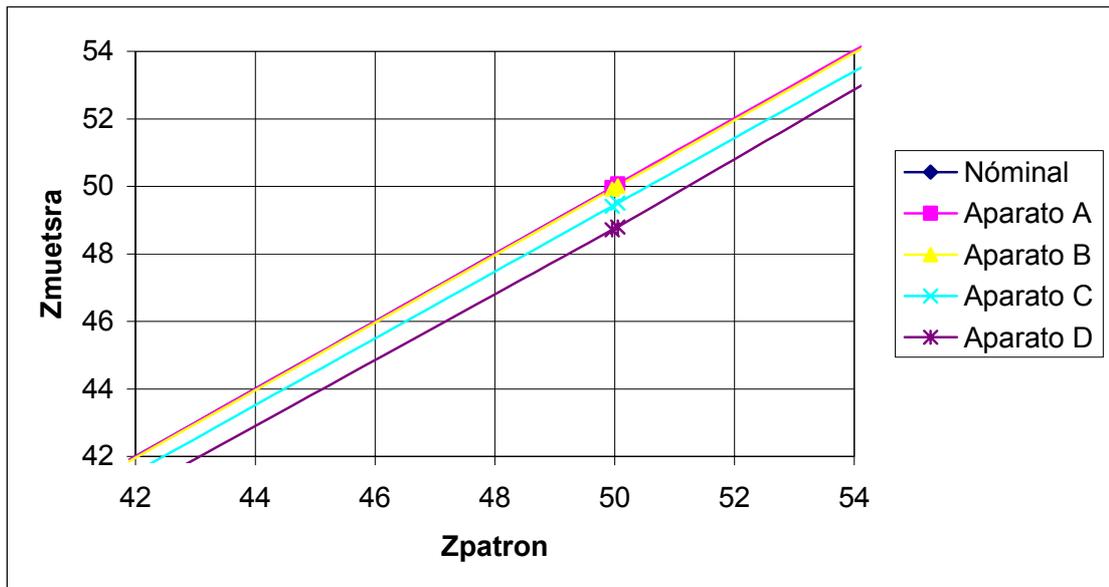
Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 19. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 2, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 96.03, 95.87 °Z



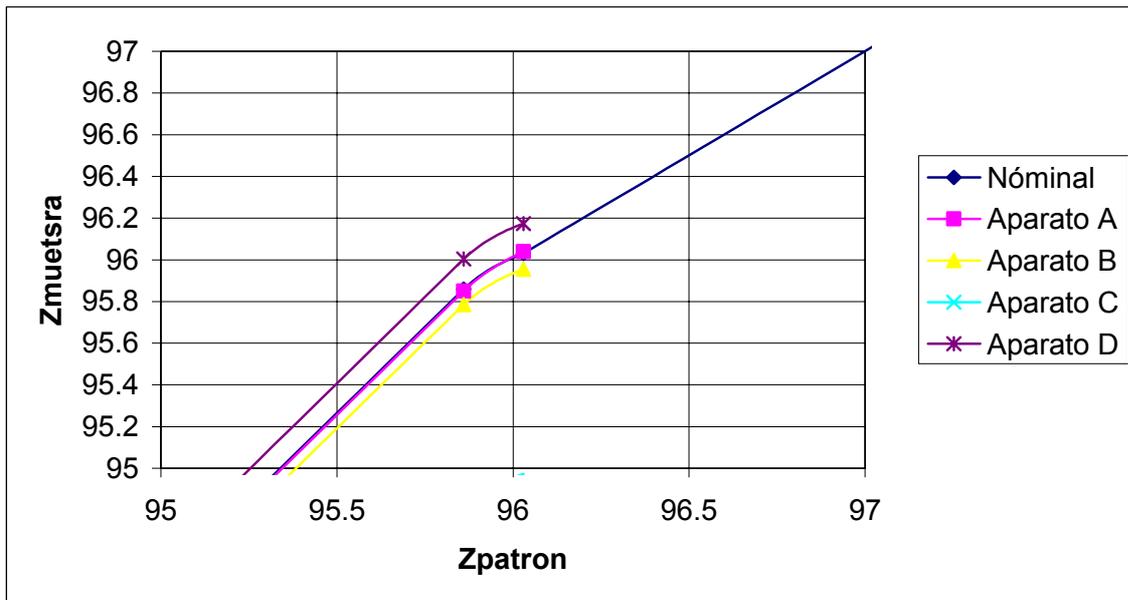
Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 20. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 3, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 50.05, 46.96 °Z



Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 21. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 3, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 96.03, 95.87 °Z



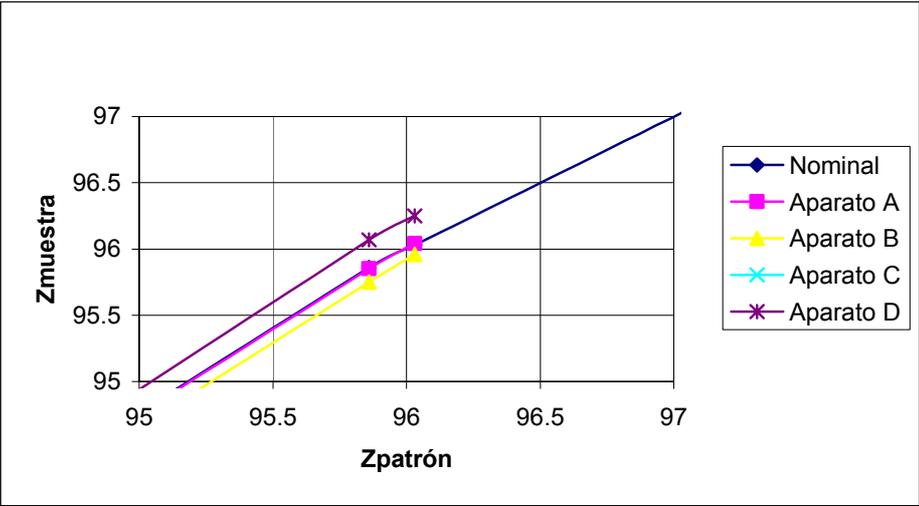
Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 22. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 4, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Menor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 50.05, 46.96 °Z



Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Figura 23. Gráfica de calibración para la placa de cuarzo 4, valores reportados en todos los polarímetros en Grados de Azúcar Nominales contra Obtenidos. Mayor magnitud de grados de azúcar. Valores esperados 96.03, 95.87 °Z



Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

Tabla X Resumen promedio de las Placa de Cuarzo utilizando diferentes polarímetros

Placa de cuarzo	1	2	3	4
Pendiente (m)	0.9982	1.0306	0.9983	0.9974
Desviación en la pendiente (σm^2)	2.57E-5	2.80E-5	2.67E-5	2.85E-5
Intercepto (b)	-0.1780	-0.1827	-0.1801	-0.1949
Desviación en el Intercepto (σb^2)	0.1204	0.1310	0.1220	0.1337

Fuente: Datos Calculados, Apéndice C

4 DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En ésta investigación se realizó una intercomparación metrológica entre patrones de placa de cuarzo y sacarímetros polarimétricos de la serie M NIR marca Schmidt und Haensch para medición de soluciones acuosas de sacarosa. Los polarímetros utilizan la escala internacional de azúcar ICUMSA, que relacionan los grados de sacarosa ($^{\circ}Z$) con el porcentaje de pureza de una solución de sacarosa, las Placas de Cuarzo consisten en tubos de cuarzo recubiertos por una placa. Para este diagnóstico metrológico se realizaron mediciones entre las Placa de Cuarzo y diferentes polarímetros; con el propósito de realizar una evaluación de sus aptitudes metrológicas, y poder determinar que grado de desviación puede encontrarse; las lecturas que se obtengan de ellas a partir de un juego polarímetro-patrón de referencia. Finalmente se pudo realizar una evaluación de las aptitudes metrológicas de los diferentes juegos polarímetro-patrón, esto por medio de un análisis estadístico independiente para cada patrón y polarímetro.

Para lograr una evaluación de incertidumbre se realizaron intercomparaciones entre los polarímetros y los juegos de placa de cuarzo, por ejemplo el polarímetro 1 y su juego de Placa de Cuarzo comparado en relación al resto de polarímetros de la muestra y su juego respectivo de Placas de Cuarzo. Los sacarímetros polarimétricos, o polarímetros utilizados, trabajan a dos longitudes de onda diferentes; estas son 587 y 882 nm, de acuerdo a la norma ICUMSA SPS 1 y SPS2; y los patrones de cuarzo devuelven dos valores diferentes de $^{\circ}Z$ cada uno, para obtener así 4 mediciones en total por polarímetro – juego de patrones.

Logrando correlacionar de ese modo 4 valores por juego polarímetro – patrón. El proceso consistió básicamente en analizar las muestras con valores conocidos (Placa de cuarzo) de propiedad medida y establecer una relación con los valores respuesta del instrumento. Se obtuvo de este modo funciones matemáticas que permiten relacionar los valores; estableciendo de este modo el valor de la propiedad de cualquier muestra desconocida a partir de estas Gráficas de calibración; midiendo su respuesta y aplicando la ecuación matemática correspondiente. Para los propósitos de este análisis se encontró que la función matemática que se ajustaba de una forma mas satisfactoria a los resultados era una línea recta de la forma $y = mx + b$, donde y es la variable dependiente y x la variable independiente, ambas escalas en grados de sacarosa ($^{\circ}Z$).

Entonces, se procedió a determinar los valores de m y b para los diferentes polarímetros y patrones. Se analizaron los patrones de magnitud conocida en cada uno de los polarímetros, y se realizó la tabulación y análisis estadístico de los datos. Este análisis incluyó el cálculo de los modelos lineales para cada polarímetro y patrón utilizando el método de los mínimos cuadrados (determinación de m y b) y una evaluación estadística del método; utilizando la desviación estándar de la pendiente y la ordenada al origen. También se calculo la incertidumbre convencional expandida para cada polarímetro-patrón; tomando como base la Norma NIST, que utiliza un factor de confianza del 95% ($K=2$), para determinar los valores de incertidumbre de las desviaciones estándar de mediciones realizadas.

4.1 Evaluación de Polarímetros

Para esta investigación se utilizaron cuatro sacarímetros polarimétricos marca Schmidt + Haensch, modelo M-NIR.

De las Gráficas III a la X se presentan los datos obtenidos para este primer análisis, en todas ellas se grafica en el eje de las abscisas los valores ideales o, dicho de otra forma; los valores contra los cuales las Placa de Cuarzo se encuentran calibradas y certificadas, y en el eje de las ordenadas los valores obtenidos al realizar las mediciones con las diferentes Placa de Cuarzo, a cada polarímetro se le designó con una letra del alfabeto latino y las Placa de Cuarzo se designaron con números ordinales.

Además se presentan dos Gráficas por cada polarímetro utilizado, en la primera se presentan los valores a bajos valores en la escala internacional de grados de azúcar ICUMSA, que corresponde a la medición para dos diferentes Placa de Cuarzo (del mismo juego) a la misma longitud de onda. Podemos decir entonces, que a estas longitudes de onda se utilizó el polarímetro a 587 nm. Cambiando en cada caso el patrón utilizado, para obtener así dos pares de puntos. El mismo procedimiento se utilizó para la medición en alta concentración que equivale a utilizar una longitud de onda de 882 nm.

Al observar los resultados obtenidos por éste método se puede realizar un análisis de desviación y estimación de incertidumbre convencional expandida de acuerdo al método recomendado por el NIST para cada polarímetro, utilizando un 95% de confianza. Calculando la desviación estándar para cada punto-longitud de onda y encontrando una desviación estándar ponderada, utilizando la Gráfica normal con una $k = 2$. Pudiendo determinar de este modo la desviación de cada polarímetro con respecto a un patrón ideal de referencia.

En la Tabla VII se presentan los valores de incertidumbre para cada longitud de onda para los diferentes polarímetros. De esta tabla se puede concluir que existe, para esta muestra de polarímetros, una correlación entre la magnitud absoluta de las desviaciones contra la longitud de onda utilizada; así, a mayores concentraciones se obtienen mayores desviaciones en los resultados.

Dado que las especificaciones de construcción del polarímetro determinan una incertidumbre de ± 0.01 °Z, se puede determinar por medio de la Tabla VII aquellos polarímetros que presentan desviaciones considerables y que requieren ajuste de cero, calibración electrónica o linearización.

Luego con los datos obtenidos se construyeron modelos lineales utilizando el método de los mínimos cuadrados. En la Tabla VIII se resumen los resultados promedio para cada polarímetro. Estas correlaciones o Gráficas de calibración permiten realizar una estimación de los resultados obtenidos.

De acuerdo a la Tabla VIII los tres primeros polarímetros presentaron valores de pendientes menores a la unidad ($m < 1$), eso significa que los valores de las abscisas (Z patrón) son mayores que los valores de las ordenadas (Z obtenida), por lo que se puede concluir que estos polarímetros presentarán en

sus resultados desviaciones *menores* a la esperada. Utilizando el valor de incertidumbre convencional expandida se puede encontrar con una mayor probabilidad el intervalo en el cual se encontrará el resultado de la medición. El recíproco se podría esperar para el único polarímetro que presenta una correlación mayor a la unidad.

Los resultados deben ser interpretados en función del intercepto obtenido, puesto que el valor del intercepto debiese ser igual a cero (si la Gráfica obtenida es igual a la Gráfica nominal); se pueden presentar cualquiera de los siguientes casos:

A. Pendiente mayor que la unidad, intercepto positivo

B. Pendiente menor que la unidad, intercepto negativo

Para estos dos casos, este comportamiento se puede interpretar como un corrimiento de cero, ya que la Gráfica obtenida nunca se interceptará con la Gráfica ideal de 45° , en este caso se requiere únicamente realizar un ajuste de ceros al polarímetro, para lograr su calibración, si los valores de incertidumbre obtenidos se encuentran fuera del límite permitido.

C. Pendiente mayor que la unidad, intercepto negativo

D. Pendiente menor que la unidad, intercepto positivo

Para los casos 3 y 4, se presenta un doble juego de errores, se observa corrimiento de cero y linealidad, ya que la Gráfica resultante intercepta en algún punto a la Gráfica ideal de 45° .

De acuerdo a los valores de la Tabla VIII, los polarímetros A y C presentan pendientes menores a la unidad e intersecciones positivos; por lo que ambos polarímetros tienen corrimiento de cero y linealidad. Sin embargo por los resultados de incertidumbre obtenidos el polarímetro A se encuentra dentro de especificaciones, aunque el polarímetro C no.

Siguiendo el mismo tratamiento; el polarímetro B presentaría corrimiento de cero por lo que es necesaria la calibración ya que el polarímetro no se encuentra dentro de las especificaciones. Finalmente el polarímetro D presenta ambos errores nuevamente; con una pendiente mayor que la unidad y un intercepto negativo. Sin embargo, este polarímetro no esta dentro de especificaciones para valores de alta concentración.

4.2 Evaluación de Patrones

Con los datos obtenidos de la comparación de polarímetros se puede realizar una comparación de patrones, utilizando la misma metodología estadística que en el caso de los polarímetros se logró construir las Gráficas IX a la XVIII y las Tablas IX y X, donde una vez mas se presentan los resultados de incertidumbre convencional expandida y los resultados del análisis de mínimos cuadrados para los patrones utilizados.

De acuerdo a recomendaciones del fabricante y al material disponible en ICUMSA, no existen regulaciones para el mantenimiento y almacenaje de las Placa de Cuarzo, habiéndose comprobado que las Placa de Cuarzo son insensibles a variaciones en humedad y temperatura (ICUMSA Report of the proceedings of the sixteenth session held in Ankara, 1974).

De acuerdo a la Tabla IX se observa que para el juego de patrones se obtiene en todos los casos altas desviaciones, esto es debido a que los patrones se comportaron siguiendo una misma secuencia en todos los polarímetros. Es decir que, en todos los casos, los valores devueltos por los patrones fueron similares para el mismo polarímetro y diferentes al cambiar de polarímetro. Esto se puede comparar con los resultados de la Tabla X, donde se muestran los resultados del análisis de mínimos cuadrados, en promedio se observan grandes desviaciones para todas las Placa de Cuarzo, pero si tomamos como ejemplo los resultados para las Placa de Cuarzo utilizando el polarímetro A, encontramos que todas tienen desviaciones del orden de los 10^{-8} en la pendiente y desviaciones de 10^{-05} en el intercepto (Véase sección de Datos Calculados, Apéndice C).

Realizando un análisis similar para el resto de los patrones, y observando las gráficas encontraremos el mismo comportamiento en todos los casos, cada patrón posee resultados con amplias desviaciones al utilizarlos en los polarímetros B y C; que -como habíamos apuntado anteriormente- son los polarímetros que obtuvieron comportamientos con mayores incertidumbres y requieren calibración. Se puede decir entonces que el método tiene un amplio valor de repetibilidad, sin importar el patrón que se utilice, ya que el comportamiento de estos seguirá siempre una misma tendencia dentro de rangos aceptables de medición.

CONCLUSIONES

1. Todas las correlaciones lineales elaboradas para las placas de Cuarzo presentaron incertidumbres convencionales expandidas de ± 0.05 grados de azúcar.
2. Los polarímetros presentaron desviaciones en la pendiente muy cercanas a cero, pero con valores mayores que las Placa de Cuarzo, con incertidumbre convencional expandida de ± 0.01 grados internacionales de azúcar ICUMSA.
3. Basado en las correlaciones elaboradas es necesario realizar una recalibración a los polarímetros marcados como B, C y D; ya que, los valores de errores para estos están fuera de las especificaciones como se explica en la discusión de resultados.
4. Se logró determinar para todas las combinaciones celda de cuarzo-polarímetro que las mayores desviaciones en las lecturas eran consecuencia del comportamiento del polarímetro y no de la celda de cuarzo.

5. La evaluación global de los datos de calibración permiten establecer una incertidumbre en el modelo lineal de correlación de una magnitud de 10^{-5} en la pendiente y de 0.01 en el intercepto para las placas.

6. La evaluación global de los datos de calibración permiten establecer una incertidumbre en el modelo lineal de correlación de una magnitud de 10^{-13} en la pendiente y de 10^{-13} en el intercepto para los polarímetros.

RECOMENDACIONES

1. Proponer al gremio de fábricas de azúcar de sacarosa del país; realizar ejercicios metrológicos de este tipo para la mayor cantidad de polarímetros y patrones; con el fin de determinar un patrón y polarímetro que pueda ser reconocido nacionalmente para futuras calibraciones y certificaciones.
2. Realizar calibraciones y revisiones periódicas de los patrones que se utilizarán para realizar la calibración del resto de polarímetros. Estimar con un grado de confianza aceptable la frecuencia de estas calibraciones, es decir cuanto tiempo puede ocurrir sin que una celda de cuarzo presente desviaciones significativas. Estas calibraciones pueden realizarse en la casa matriz de Schmidt und Haensch en Alemania.
3. Antes de poder realizar un ejercicio metrológico de este tipo se debe asegurar la trazabilidad y exactitud del polarímetro y patrón a utilizarse de referencia, para que los resultados obtenidos sean confiables.

4. Evaluar como la humedad y la temperatura de almacenamiento pudiese influir, o no, en las lecturas obtenidas por los sacarímetros polarimétricos. Esto es, especialmente importante, en áreas donde no se pueda asegurar su almacenamiento bajo condiciones ambientales controladas; aire acondicionado, etc.

5. Para poder realizar un diagnóstico metrológico para la verificación de aptitud de polarímetros graduados de acuerdo a la escala de azúcar ICUMSA, se debe realizar un análisis de mínimos cuadrados y, luego, estimar la magnitud de la incertidumbre con base en el cálculo de la desviación.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- A. Bauer E.L. **Manual de Estadística para Químicos**. 1ª Edición, España: Editorial Alhambra, 1974 Pp188
- B. Christian, Gary D. **Química Analítica** 2ª Edición, México: Editorial Limusa, 1981 Pp 684
- C. Coguanor NGR/COPANT/ISO/IEC 17 025 **Requisitos Generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración**, Norma Guatemalteca Recomendada. Comisión Nacional de Normas Ministerio de Economía. ICS: 03.120.20
- D. Laidler, Keith y Rousseau Ronald W. **Principios Elementales de los Procesos Químicos**. 2ª Edición, México: Addison Wesley, 1999. Pp 760.
- E. Metrología **Patrones**

Referencia Electrónica
- F. Metrología **Tipos**

Referencia Electrónica

- G. McMurry, John **Química Orgánica**. 5ª Edición, México: Internacional Thomson Editores, 2001. Pp1284
- H. Organisation Internationale de Métrologie Légale **OIML R14 Polarimetric saccharimeters graduated in accordance with the ICUMSA International Sugar Scale**, Edición 1995 (E) París Francia OIML Publications. Pp 2-14
- I. Perry, Robert H, Green Don W, James O Maloney **Manual del Ingeniero Químico Tomo I**. 6ª Edición (3ª Edición en Español), México 1992: Editorial McGraw-Hill. Pp 2-85, 2-95
- J. Polarímetros **Placa de cuarzo, Saccharomat MNIR**
- Referencia electrónica
- K. Soisson, Harold E **Instrumentación Industrial**. 1ª Edición; 5ª Reimpresión, México: Limusa Noriega Editores, 1993. Pp540
- L. USAC, Internacional Society of Automation (ISA) y Atigua. **Calibración de Instrumentos**. 2ª Edición (1ª Edición en Español), Guatemala: 2003: ATIGUA. **Pp1-25**
- M. Walpole, Ronald. **Probabilidad y Estadística** 4ª ed. México: McGraw-Hill 1997. pp 485-493.
- N. Weissberger, Arnold **Physical Methods of Organic Chemistry Vol I**. 3ª Edición, New York 1945: Editorial Interscience Publisher. Pp 736

BIBLIOGRAFÍA

1. Bauer E.L. **Manual de Estadística para Químicos**. 1ª Edición, España: Editorial Alhambra, 1974
2. Christian, Gary D. **Química Analítica** 2ª Edición, México: Editorial Limusa, 1981 Pp 684
3. Coguanor NGR/COPANT/ISO/IEC 17 025 **Requisitos Generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración**, Norma Guatemalteca Recomendada. Comisión Nacional de Normas Ministerio de Economía. ICS: 03.120.20
4. Escuela de Instrumentación Analítica de Madrid, **Implementación de los equipos instrumentales de análisis en el sistema de calidad**, Madrid 2003
5. Euracem / Citar Guide **Traceability in Chemical Measurement**, Union Europea 2003
6. Internacional Comisión for Uniform methods of sugar análisis **Report of the proceedings of the sixteenth session** held in Ankara 1974
7. Laidler, Keith y Rousseau Ronald W. **Principios Elementales de los Procesos Químicos**. 2ª Edición, México: Addison Wesley, 1999. Pp 760.

8. McMurry, John **Química Orgánica**. 5ª Edición, México: Internacional Thomson Editores, 2001. Pp1284
9. Ministerio de Economía, Oficina de Acreditación **Criterios para la acreditación de laboratorios de ensayo y calibración** OGA-GEC-006. 1ª Edición, Guatemala 2003
10. Ministerio de Economía, Dirección del Sistema Nacional de Calidad OGA, **Guía para la acreditación de laboratorios de ensayo y calibración**, OGA-GEC-001, 1ª Edición, Guatemala 2004
11. Negro Albañil, Alfredo **Validación en métodos fisicoquímicos**, Universidad de León, Química Analítica, Campus Vegazana, España 2005.
12. Organisation Internationale de Métrologie Légale **OIML R14 Polarimetric saccharimeters graduated in accordance with the ICUMSA International Sugar Scale**, Edición 1995 (E) París Francia OIML Publications. Pp 2-14
13. Perry, Robert H, Green Don W, James O Maloney **Manual del Ingeniero Químico Tomo I**. 6ª Edición (3ª Edición en Español), México 1992: Editorial McGraw-Hill. Pp 2-85, 2-95
14. Royal Society of Chemistry, **Valid Analytical Methods & Procedures**, RSC, Cambridge 2000
15. Soisson, Harold E **Instrumentación Industrial**. 1ª Edición; 5ª Reimpresión, México: Limusa Noriega Editores, 1993. Pp540

- O. USAC, Internacional Society of Automation (ISA) y Atigua. **Calibración de Instrumentos**. 2ª Edición (1ª Edición en Español), Guatemala: 2003: ATIGUA. **Pp1-25**
- P. Walpole, Ronald. **Probabilidad y Estadística** 4ª ed. México: McGraw-Hill 1997. pp 485-493.
- Q. Weissberger, Arnold **Physical Methods of Organic Chemistry Vol I**. 3a Edición, New York 1945: Editorial Interscience Publisher. Pp 736

APÉNDICE A: DATOS ORIGINALES

Tabla XI. Grados Internacionales de azúcar ICUMSA (°Z) obtenidos al realizar mediciones en el polarímetro A con las diferentes Placas de Cuarzo utilizadas.

Longitud (nm)	Zpatron	Z1	Z2	Z3	Z4
882	96.03	96.03	96.02	96.04	96.04
882	95.86	95.86	95.84	95.85	95.85
587	50.05	50.05	50.04	50.07	50.05
587	49.96	49.96	49.96	49.96	49.97
Ceros	0	0.00	0.00	0.00	0.00

Tabla XII Grados Internacionales de azúcar ICUMSA (°Z) obtenidos al realizar mediciones en el polarímetro B, con las diferentes Placas de Cuarzo utilizadas.

Longitud (nm)	Zpatron	Z1	Z2	Z3	Z4
882	96.03	96.01	96.00	95.95	95.96
882	95.86	95.84	95.83	95.78	95.75
587	50.05	50.04	50.03	50.01	49.924875
587	49.96	49.95	49.95	49.92	49.8351
Ceros	0	0.00	0.00	0.00	0

Tabla XIII. Grados Internacionales de azúcar ICUMSA (°Z) obtenidos al realizar mediciones en el polarímetro C, con las diferentes Placas de Cuarzo utilizadas.

Longitud (nm)	Zpatron	Z1	Z2	Z3	Z4
882	96.03	94.97	95.05	94.97	94.59
882	95.86	94.81	94.88	94.81	94.42
587	50.05	49.50	49.54	49.50	49.30
587	49.96	49.41	49.45	49.41	49.21
Ceros	0	0.00	0.00	0.00	0.00

Tabla XIV. Grados Internacionales de azúcar ICUMSA (°Z) obtenidos al realizar mediciones en el polarímetro D, con las diferentes Placas de Cuarzo utilizadas.

Longitud (nm)	Zpatron	Z1	Z2	Z3	Z4
882	96.03	96.12	96.22	96.17	96.25
882	95.86	95.96	96.05	96.00	96.07
587	50.05	48.80	48.80	48.80	48.80
587	49.96	48.71	48.71	48.71	48.71
Ceros	0.00	0.01	0.02	0.01	0.02

APÉNDICE B: MUESTRA DE CÁLCULO

A. Método de los mínimos cuadrados

Dados los siguientes pares de puntos:

Tabla XV Datos originales para el patrón 2 y el polarímetro B

Zmuestra	ZB
x_i	y_i
96.03	96.00
95.86	95.83
50.05	50.03
49.96	49.95
0	0.00

Se realizan los siguientes cálculos:

Ecuación XXVII

$$x * y = x_i * y_i$$

Ecuación XXVIII

$$x_i^2 = x_i * x_i$$

además

Ecuación XXIX

$$\sum x_i = x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n \quad y$$

Ecuación XXX

$$\sum(x_i^2) = x_1^2 + x_2^2 + x_3^2 + \dots + x_n^2$$

1. Determinación del determinante D y d_i

Para calcular el determinante se utiliza la siguiente expresión:

Ecuación XXXI

$$D = \begin{vmatrix} \sum(x_i^2) & \sum x_i \\ \sum x_i & n \end{vmatrix}$$

Así para el Tabla XV, se tiene:

$$n = 5$$

$$\sum(x_i^2) = 23,365.16 \text{ \&}$$

$$\sum(x_i) = 291.43$$

Resolviendo esta expresión, se tiene:

Ecuación XXXII

$$D = (\sum(x_i^2) \cdot n) - (\sum x_i \cdot \sum x_i)$$

Sustituyendo los datos del Tabla XV en las ecuaciones de la XXVII a la XXXII, se obtiene:

$$D = (23,365.16 \cdot 5) - (291.43)^2 = 31,853.913$$

2. Determinación de la pendiente y el intercepto

Ya que el determinante no es más que una forma gráfica de expresar los productos, se puede calcular la pendiente y el intercepto para los pares de puntos del Tabla XV utilizando las siguiente expresiones:

Pendiente de mínimos cuadrados

Ecuación XXXIII

$$m = \left| \begin{array}{cc} \sum(x_i y_i) & \sum x_i \\ \sum y_i & n \end{array} \right| \div D$$

Intercepto de mínimos cuadrados

Ecuación XXXIV

$$b = \left| \begin{array}{cc} \sum(x_i^2) & \sum(x_i y_i) \\ \sum x_i & \sum y_i \end{array} \right| \div D$$

Sustituyendo los datos se obtiene

$$m = ((5*23,381.17)-(291.43*291.81))/31,894.37 = 0.9997$$

$$b = ((23,365.16*291.81)-(291.43-23,381.17))/31,894.37 = 3.56 E -4$$

3. Determinación de la desviación en la pendiente y en el intercepto

Cálculo de las desviaciones: Luego se realiza una estimación de las desviaciones obtenidas para cada punto, para ello se utiliza la siguiente expresión, para calcular las desviaciones verticales cuadradas para cada punto:

Ecuación XXXV

$$d_i^2 = (y_i - \hat{y})^2 = (y_i - m * x_i - b)^2$$

Tabla XVI Cálculo de la desviación d_i para el Tabla XV

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	96.00	9218.99437	9221.7609	-1.62E-4	2.63E-8
2	95.86	95.83	9186.38286	9189.1396	-2.16E-4	4.65E-8
3	50.05	50.03	2504.251	2505.0025	-4.62E-3	2.13E-5
4	49.96	49.95	2495.2528	2496.0016	5.35E-3	2.87E-5
5	0.00	0.00	0.00	0.00	-3.56E-4	1.27E-7

Así para la primera corrida:

$$d_1^2 = (96.00 - (0.9997 * 96.03) - 3.56E-4)^2 = 2.63E-8$$

Para poder cuantificar la confiabilidad de los parámetros de los mínimos cuadrados se utilizaron las siguientes expresiones:

Cálculo de la desviación estándar poblacional de todos los valores de y , σ_y ; mediante la siguiente expresión:

Ecuación XXXVI

$$\sigma_y = \sqrt{\frac{\sum(d_i^2)}{n-2}}$$

Donde:

σ_y desviación estándar poblacional de todos los valores de y

$\sum(d_i^2) = 5.02 \text{ E-}05$ Sumatoria de las desviaciones al cuadrado verticales para cada punto.

$n = 5$ Número de mediciones realizadas.

Sustituyendo los datos para el ejemplo, se obtiene:

$$\sigma_y = (5.02\text{E} -05/5-2)^{0.5} = 4.09\text{E-}03$$

Cálculo de la desviación estándar de la pendiente

Ecuación XXXVII

$$\sigma_m^2 = \frac{\sigma_y^2 n}{D}$$

Sustituyendo los datos obtenidos se tiene el siguiente resultado:

$$\sigma_m^2 = ((4.09E-03)^2 * 5) / 31,853.91 = 1.2943 E -31$$

Cálculo de la desviación estándar en el intercepto

Ecuación XXXVIII

$$\sigma_b^2 = \frac{\sigma_y^2 \sum(x_i^2)}{D}$$

Donde de acuerdo a la ecuación XXX:

$$\sum(x_i^2) = x_1^2 + x_2^2 + x_3^2 + \dots + x_n^2 = 23,365.16$$

De esta forma se obtiene el siguiente resultado

$$\sigma_b^2 = ((4.09E-03)^2 * 23,365.16) / 31,894.37 = 6.060 E -28$$

B. Cálculo de la Incertidumbre Convencional Expandida (k = 2)

1. Determinación de la media para cada muestra

Con los datos del Tabla XII, se calcula la media para cada muestra de datos, de acuerdo a la siguiente expresión

Ecuación XXXIX

$$\mu = \frac{\sum x_i}{N}$$

Donde

μ media de la población

N número de muestras

$\sum x_i$ Sumatoria del i-ésimo término (véase Ecuación XXIX)

Para el ejemplo, y tomando como base los resultados obtenidos para 882 nm y el patrón de 96.01 °Z, se obtiene

$$\mu = (96.01 + 96.00 + 95.95 + 95.96) / 4 = 95.98$$

2. Determinación de la desviación para cada muestra y determinación de la incertidumbre

Es posible determinar la desviación para una muestra, mediante la siguiente expresión:

Ecuación XL

$$\sigma^2 = \frac{\sum (x_i - \mu)^2}{N}$$

sustituyendo se tiene:

$$\sum (x_i - \mu)^2 = (96.01-95.98)^2 + (96.00-95.98)^2 + (95.95-95.98)^2 + (95.96-95.98)^2$$

$$\sigma^2 = ((96.01-95.98)^2 + (96.00-95.98)^2 + (95.95-95.98)^2 + (95.96-95.98)^2) / 4 = 0.028$$

Con los resultados de la desviación estándar obtenidos y utilizando la función de Gauss normal, para la determinación de la incertidumbre convencional expandida, utilizando un nivel de confianza del 95%.

Cualquier medición debe ser representada como:

Ecuación XLI

$$\bar{x} \pm Z_c \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

Tomando un nivel de significancia del 95%, se tiene un $\alpha/2 = 0.025$, interpolando para los datos de la Gráfica normal $Z_c = 1.96$

De este modo se tiene, sustituyendo los datos en la ecuación XLI $\sigma = 0.028$ y $Z_c = 1.96$

Ecuación XLII

$$Z_c \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = 1.96 \times \frac{0.025}{\sqrt{5}} = 0.0250$$

que es el valor calculado para la incertidumbre convencional expandida, con un nivel de significancia del 95%.

APÉNDICE C: DATOS CALCULADOS

A. Datos calculados para realizar el análisis de mínimos cuadrados, para cada correlación

Tabla XVII. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro A contra Placa de cuarzo 1, Grados internacionales de azúcar ICUMSA, Nominales (x_i) y Grados de azúcar Reportados (y_i)

n	x_i	y_i	$x_i \cdot y_i$	x_i^2	d_i	d_i^2
1	96.03	96.03	9221.76	9221.76	0	0
2	95.86	95.86	9189.14	9189.14	0	0
3	50.05	50.05	2505.00	2505.00	0	0
4	49.96	49.96	2496.00	2496.00	0	0
5	0	0	0	0	0	0

Tabla XVIII. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro A y Placa de cuarzo 1.

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente (m):	1
Intercepto (b):	0
σ_y :	0
σ_m^2 :	0
σ_b^2 :	0

**Tabla XIX. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro A contra Placa de cuarzo 2, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	96.02	9220.80	9221.76	4.16E-03	1.73E-05
2	95.86	95.84	9187.22	9189.14	-5.87E-03	3.44E-05
3	50.05	50.04	2504.50	2505.00	-3.36E-03	1.13E-05
4	49.96	49.96	2496.00	2496.00	6.62E-03	4.38E-05
5	0	0	0	0	-1.56E-03	2.42E-06

**Tabla XX. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
A y Placa de cuarzo 2.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	0.999836315
Intercepto:	0.001555916
σ_y :	0.006036266
σ_m^2 :	5.71931E-09
σ_b^2 :	2.678E-05

**Tabla XXI. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro A contra Placa de cuarzo 3, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	96.04	9222.7212	9221.7609	6.97E-03	4.86E-05
2	95.86	95.85	9188.181	9189.1396	-1.30E-02	1.70E-04
3	50.05	50.07	2506.0035	2505.0025	1.58E-02	2.49E-04
4	49.96	49.96	2496.0016	2496.0016	-4.22E-03	1.78E-05
5	0	0	0	0	-5.51E-03	3.04E-05

**Tabla XXII. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
A y Placa de cuarzo 3.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	0.999974116
Intercepto:	0.005511096
σ_y :	0.013111468
σ_m^2 :	2.69842E-08
σ_b^2 :	0.00012635

**Tabla XXIII. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro A contra Placa de cuarzo 4, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	96.04	9222.7212	9221.7609	8.49E-03	7.20E-05
2	95.86	95.85	9188.181	9189.1396	-1.15E-02	1.33E-04
3	50.05	50.05	2505.0025	2505.0025	-2.11E-03	4.44E-06
4	49.96	49.97	2496.5012	2496.0016	7.89E-03	6.23E-05
5	0	0	0	0	-2.76E-03	7.60E-06

**Tabla XXIV. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
A y Placa de cuarzo 4.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	0.99998705
Intercepto:	0.002756006
σ_y :	0.009642469
σ_m^2 :	1.45943E-08
σ_b^2 :	6.83361E-05

**Tabla XXV. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro B contra Placa de cuarzo 1, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	96.01	9219.91655	9221.7609	1.42E-14	2.02E-28
2	95.86	95.84	9187.30177	9189.1396	-1.92E-02	3.68E-04
3	50.05	50.04	2504.5015	2505.0025	-1.00E-02	1.00E-04
4	49.96	49.95	2495.5024	2496.0016	-9.99E-03	9.98E-05
5	0	0	0	0	0	0

**Tabla XXVI. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
B y Placa de cuarzo 1.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	0.9998
Intercepto:	4.26E-14
σ_y :	1.38E-02
σ_m^2 :	2.97E-08
σ_b^2 :	1.39E-04

**Tabla XXVII. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro B contra Placa de cuarzo 2, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	96.00	9218.99	9221.76	-2.84E-14	8.08E-28
2	95.86	95.83	9186.38	9189.14	-2.84E-14	8.08E-28
3	50.05	50.03	2504.25	2505.00	0.00	0.00
4	49.96	49.95	2495.25	2496.00	7.11E-15	5.05E-29
5	0	0.00	0	0	2.84E-14	8.08E-28

**Tabla XXVIII. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
B y Placa de cuarzo 2.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	0.9997
Intercepto:	-2.84E-14
σ_y :	2.87E-14
σ_m^2 :	1.29E-31
σ_b^2 :	6.06E-28

**Tabla XXIX. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro B contra Placa de cuarzo 3, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	95.95	9214.47571	9221.7609	-7.11E-15	5.05E-29
2	95.86	95.78	9181.88018	9189.1396	-2.13E-14	4.54E-28
3	50.05	50.01	2503.02355	2505.0025	7.11E-15	5.05E-29
4	49.96	49.92	2494.02976	2496.0016	7.11E-15	5.05E-29
5	0	0.00	0	0	2.13E-14	4.54E-28

**Tabla XXX. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
B y Placa de cuarzo 3.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	0.99921
Intercepto:	-2.13E-14
σ_y :	1.88E-14
σ_m^2 :	5.55E-32
σ_b^2 :	2.60E-28

**Tabla XXXI. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro B contra Placa de cuarzo 4, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	Yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	95.96	9215.0388	9221.7609	4.36E-02	1.90E-03
2	95.86	95.75	9178.595	9189.1396	3.45E-03	1.19E-05
3	50.05	49.92	2498.73999	2505.0025	-4.52E-02	2.04E-03
4	49.96	49.84	2489.7616	2496.0016	-4.51E-02	2.03E-03
5	0	0.00	0	0	4.33E-02	1.87E-03

**Tabla XXXII. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
B y Placa de cuarzo 4.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	0.99927
Intercepto:	-4.33E-02
σ_y :	5.12E-02
σ_m^2 :	4.11E-07
σ_b^2 :	1.92E-03

**Tabla XXXIII Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro C contra Placa de cuarzo 1, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	Di	di^2
1	96.03	94.97	9120.32	9221.76	2.13E-14	4.54E-28
2	95.86	94.81	9088.06	9189.14	7.11E-15	5.05E-29
3	50.05	49.50	2477.44	2505.00	-7.11E-15	5.05E-29
4	49.96	49.41	2468.54	2496.00	-7.11E-15	5.05E-29
5	0	0.00	0	0	-3.55E-14	1.26E-27

**Tabla XXXIV. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma x)x + (b + \sigma b)$. Correlación del Polarímetro
C y Placa de cuarzo 1.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	0.989
Intercepto:	3.55E-14
σy :	2.50E-14
σm^2 :	9.77E-32
σb^2 :	4.58E-28

**Tabla XXXV. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro C contra Placa de cuarzo 2, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	Di^2
1	96.03	95.05	9127.70	9221.76	-1.42E-14	2.02E-28
2	95.86	94.88	9095.41	9189.14	-1.42E-14	2.02E-28
3	50.05	49.54	2479.45	2505.00	7.11E-15	5.05E-29
4	49.96	49.45	2470.54	2496.00	7.11E-15	5.05E-29
5	0	0.00	0	0	1.42E-14	2.02E-28

**Tabla XXXVI. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
C y Placa de cuarzo 2.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	0.9898
Intercepto:	-1.42E-14
σ_y :	1.53E-14
σ_m^2 :	3.70E-32
σ_b^2 :	1.73E-28

**Tabla XXXVII. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro C contra Placa de cuarzo 3, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	94.97	9120.32	9221.76	2.13E-14	4.54E-28
2	95.86	94.81	9088.06	9189.14	7.11E-15	5.05E-29
3	50.05	49.50	2477.45	2505.00	-7.11E-15	5.05E-29
4	49.96	49.41	2468.55	2496.00	-7.11E-15	5.05E-29
5	0	0.00	0	0	-3.55E-14	1.26E-27

**Tabla XXXVIII. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
C y Placa de cuarzo 3.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	0.989
Intercepto:	3.55E-14
σ_y :	2.50E-14
σ_m^2 :	9.77E-32
σ_b^2 :	4.58E-28

**Tabla XXXIX. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro C contra Placa de cuarzo 4, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	94.59	9083.43	9221.76	-2.13E-14	4.54E-28
2	95.86	94.42	9051.30	9189.14	-2.13E-14	4.54E-28
3	50.05	49.30	2467.43	2505.00	-7.11E-15	5.05E-29
4	49.96	49.21	2458.56	2496.00	0.00E+00	0.00E+00
5	0	0.00	0	0	2.13E-14	4.54E-28

**Tabla XL. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
C y Placa de cuarzo 4.**

Lecturas:	5
Determinante:	3.19E+04
Pendiente:	9.85E-01
Intercepto:	-2.13E-14
σ_y :	2.17E-14
σ_m^2 :	7.40E-32
σ_b^2 :	3.46E-28

**Tabla XLI. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro D contra Placa de cuarzo 1, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	96.12	9230.80	9221.76	0.391775	0.1534883
2	95.86	95.96	9198.31	9189.14	0.394068	0.1552897
3	50.05	48.80	2442.38	2505.00	-0.755218	0.5703551
4	49.96	48.71	2433.60	2496.00	-0.752580	0.5663772
5	0	0.01	0.00	0.00	0.721955	0.5212190

**Tabla XLII. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
D y Placa de cuarzo 1.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	1.004314157
Intercepto:	-0.71195497
σ_y :	0.809676741
σ_m^2 :	0.000102904
σ_b^2 :	0.481833824

**Tabla XLIII. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro D contra Placa de cuarzo 2, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	96.22	9240.19	9221.76	0.4092763	0.16750707
2	95.86	96.05	9207.50	9189.14	0.409848	0.16797582
3	50.05	48.80	2442.38	2505.00	-0.787195	0.61967659
4	49.96	48.71	2433.60	2496.00	-0.784462	0.6153816
5	0	0.02	0	0	0.752533	0.56630621

**Tabla XLIV. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
D y Placa de cuarzo 2.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	1.0053642
Intercepto:	-0.7325332
σ_y :	0.8439683
σ_m^2 :	0.0001118
σ_b^2 :	0.5235115

Tabla XLV. Datos Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante Correlación del Polarímetro D contra Placa de cuarzo 3, Grados de azúcar Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi).

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	Di	di^2
1	96.03	96.17	9235.49	9221.76	0.399801	0.15984083
2	95.86	96.00	9202.90	9189.14	0.401241	0.16099438
3	50.05	48.80	2442.38	2505.00	-0.769825	0.59263104
4	49.96	48.71	2433.60	2496.00	-0.767136	0.58849715
5	0	0.01	0	0	0.735919	0.54157673

Tabla XLVI. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar, ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro D y Placa de cuarzo 3.

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	1.004885
Intercepto:	-0.725919
σ_y :	0.825336
σ_m^2 :	0.000107
σ_b^2 :	0.500652

**Tabla XLVII. Datos para el análisis de mínimos cuadrados y cálculo del determinante
Correlación del Polarímetro D contra Placa de cuarzo 4, Grados de azúcar
Nominales (xi) Grados de azúcar Reportados (yi)**

n	xi	yi	xi*yi	xi^2	di	di^2
1	96.03	96.25	9242.89	9221.76	0.417737	0.17450389
2	95.86	96.07	9209.27	9189.14	0.408695	0.16703183
3	50.05	48.80	2442.38	2505.00	-0.794226	0.63079497
4	49.96	48.71	2433.60	2496.00	-0.791468	0.62642238
5	0	0.02	0	0	0.759263	0.5764797

**Tabla XLVIII. Resultados del análisis de mínimos cuadrados en grados de azúcar,
ecuación de la forma $y = (m + \sigma_x)x + (b + \sigma_b)$. Correlación del Polarímetro
D y Placa de cuarzo 4.**

Lecturas:	5
Determinante:	31853.913
Pendiente:	1.005639133
Intercepto:	-0.7392626
σ_y :	0.851514881
σ_m^2 :	0.000113813
σ_b^2 :	0.532915609

APÉNDICE D: FOTOGRAFÍAS DEL PROYECTO

Figura 24 Polarímetro Saccharomat M-NIR marca Schmidt + Haensch



Figura 25 Placa de Cuarzo



APÉNDICE E: CERTIFICADOS DE CALIBRACIÓN

The examination of the quartz control plate designated 4153 showed the following results:

The plate is a single quartz plate
~~double~~

and has right hand rotation
~~left~~

The optical rotation of the plate for the wavelength $\lambda = 546.2271$ nm is
 $\alpha = \underline{20.335}^\circ \pm \underline{0.005}^\circ$

Due to the relation between the rotation of the Normal Sugar Solution and the 100°Z-point of the saccharimeter scale, and according to the formula for the Optical Rotatory Dispersion of crystalline quartz adopted at present by ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis) the following values were calculated:

for the wavelength $\lambda = 546.2271$ nm	a sugar value z = <u>49.87</u> °Z	
for the wavelength $\lambda = 589.44$ nm	a sugar value z = <u>49.96</u> °Z	an angle of rotation $\alpha = \underline{17.30}^\circ$
for the wavelength $\lambda = 587$ nm	a sugar value z = <u>49.96</u> °Z	an angle of rotation $\alpha = \underline{17.45}^\circ$
for the wavelength $\lambda = \underline{882.6}$ nm	a sugar value z = <u>50.05</u> °Z <small>ICUMSA 1998</small>	an angle of rotation $\alpha = \underline{7.43}^\circ$

All values refer to 20°C.

Berlin, 10th of Jan. 2005



SCHMIDT+HAENSCH GmbH Waldstrasse 80/81 · D-13403 Berlin

Figura 26 Certificado de placa de cuarzo 4153

The examination of the quartz control plate designated 3475 showed the following results:

The plate is a single ~~double~~ quartz plate and has right ~~left~~ hand rotation

Nota: Coler 22 la placa a que se usa Nessler's
Flitz

The optical rotation of the plate for the wavelength $\lambda = 546.2271$ nm is $\alpha = 39.018^\circ \pm 0.005^\circ$

Due to the relation between the rotation of the Normal Sugar Solution and the 100°Z-point of the saccharimeter scale, and according to the formula for the Optical Rotatory Dispersion of crystalline quartz adopted at present by ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis) the following values were calculated:

for the wavelength $\lambda = 546.2271$ nm	a sugar value $z = 95.69^\circ Z$	
for the wavelength $\lambda = 589.44$ nm	a sugar value $z = 95.87^\circ Z$	an angle of rotation $\alpha = 33.20^\circ$
for the wavelength $\lambda = 587$ nm	a sugar value $z = 95.86^\circ Z$	an angle of rotation $\alpha = 33.49^\circ$
for the wavelength $\lambda = 882.6$ nm	a sugar value $z = 96.03^\circ Z$	an angle of rotation $\alpha = 14.25^\circ$

ICUMSA 1998

All values refer to 20°C.

Berlin, 30th of April 2004


R. Schmidt

SCHMIDT+HAENSCH GmbH & Co
 optisch elektronische Meßgeräte / opto electronic measuring systems
 Waldstrasse 80/81 · D-13403 Berlin
 ☎ (030) 417 072-0 Fax (030) 417 072-99
 E-Mail: schmidt-haensch@t-online.de

Figura 27 Certificado de placa de cuarzo 3475

2. Reconocimiento de Calibración

Si el fabricante cumple satisfactoriamente una calificación de operación (OQ) durante la instalación, la calibración puede ser omitida.

- La Calibración se omite por la razón anteriormente indicada.
- La Calibración fué exitosa
- El historial de la calibración se anexa al logbook del instrumento o el lugar en el que se designa se encuentra detallado aquí.

Fecha de calibración: _____

Observaciones

Fecha, Firma (Jefe de Laboratorio)

- **CALIFICACION DE INSTALACION (IQ)**

Instrumento/Sistema:

Serial number(s): 29577

1. Aceptación de Suministro

El instrumento/sistema cumple completamente con la orden.

Fecha: 7th de Septiembre, 2005, Sistema Operativo: División Electrónica

2. Instalación

El fabricante, representado por Negocios y Servicios, S.A. NESERSA confirma la instalación en orden del Sistema/Instrumento y, si aplica, del software que este incluya.

Compañía **SCHMIDT + HAENSCH GmbH & Co.**

Fecha de Instalación: 7 de Septiembre de 2005

Servicio al cliente

Observaciones:

Fecha Firma (Jefe del Laboratorio)

- **CALIFICACION DE DESEMPEÑO (PQ)**

Sistema/ Instrumento

Número(s) de Serie:

El fabricante, representado por _____

Confirma el cumplimiento de la calificación de desempeño

Compañía

SCHMIDT + HAENSCH GmbH & Co.

Fecha de Instalación

Servicio al cliente(firma):

Durante la calificación por lo menos una prueba de desempeño del instrumento bajo condiciones típicas de aplicación con muestras propias se ha llevado a cabo. De este modo el desempeño del instrumento en rutinas diarias se ha asegurado.

Si es posible, se deberán realizar pruebas de desempeño con diferentes productos y/o métodos aplicados deberá ser llevado a cabo. La prueba de desempeño deberá ser llevada a cabo luego de la fecha de calibración.

Una Calificación de Desempeño es necesaria y recomendable

Si

No

Observaciones

1. Prueba de Desempeño

El desempeño del instrumento fue probado con los siguientes productos:

Producto	Especificaciones/Punto de prueba	Fecha de cumplimiento / Firma

El instrumento es operable

Si

No

Observaciones:

Fecha, Firma (Jefe de Laboratorio)