

Maria TARASIUK

METODY ATESTACJI WZORCÓW REFRAKTOMETRYCZNYCH DLA POTRZEB PRZEMYSŁU
SPOŻYWCZEGO

Streszczenie. Przedstawiono metody wytwarzania i atestacji wzorców refraktometrycznych służących do sprawdzania refraktometrów stosowanych w przemyśle spożywczym w podwyższonych temperaturach do ok. 100°C.

1. WSTĘP

Powszechne stosowanie refraktometrów przemysłowych w podwyższonych temperaturach (80 - 110°C) do sterowania procesami produkcyjnymi przemysłu spożywczego stwarza konieczność objęcia ich nadzorem metrologicznym przez opracowanie odpowiednich wzorców miar i metod sprawdzania.

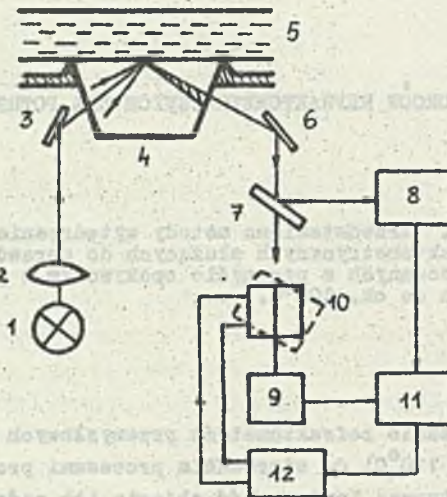
Spośród 4 grup refraktometrów przemysłowych 1 typu goniometrycznego, interferometrycznego, fotometrycznego oraz działającego na zasadzie całkowitego wewnętrznego odbicia, w przemyśle spożywczym na ogół stosowane są refraktometry należące do grupy czwartej.

Zasadę działania refraktometru tego typu pokazano na przykładzie refraktometru firmy Waters Associates, USA, rys.1.

Istotnym elementem sprawdzania każdego typu refraktometru jak również i pracujących w podwyższonej temperaturze jest sprawdzenie wskazań skali za pomocą legalnych wzorców miar.

Celem niniejszej publikacji jest przedstawienie wyników badań związanych z wytwarzaniem legalnych refraktometrycznych wzorców miar na zakres podwyższonych temperatur do ok. 100°C.

Do badań wybrano sprawdzona pod względem charakterystyk metrologicznych oleje silikonowe i 1-bromonaftalen, które to substancje odznaczają się dużą stabilnością w temperaturze powyżej 100°C.



Rys. 1. Schemat refraktometru firmy Waters Associates.

1 - źródło światła, 2 - kondensator, 3, 6 - zwierciadła płaskie, 4 - pryzmat pomiarowy, 5 - badana ciecz, 7 - płytką półprzezroczysta, 8, 9 - fotooporniki, 10 - płytką kompensacyjna, 11 - urządzenie pomiarowe, 12 - układ śledzący.

Fig. 1. Diagram of Waters Associates refractometer.

1 - light source, 2 - condenser, 3, 6 - flat mirrors, 4 - measurement prism, 5 - liquid sample, 7 - semitransparent plate, 8, 9 - photoresistors, 10 - compensation plate, 11 - measurement transducer, 12 - tracing system.

W pierwszej kolejności badaniom poddano olej metylochlorofenylosilikonowy CR-500, olej silikonowy AN-140 prod. Wacker Chemie GMBH RFN oraz 1-bromonaftalen produkcji krajowej.

Wzorce identyfikowano w oparciu o czystość, gęstość i lepkość wyznaczone w temp. 20°C oraz refrakcję właściwą.

2. CZĘŚĆ EKSPERYMENTALNA

Badania atestacyjne polegały na wyznaczeniu wartości współczynnika załamania światła wytypowanych substancji w zależności od temperatury i czasu przechowywania.

Pomiary przeprowadzono na specjalnie do tego celu zmodyfikowanym precyzyjnym refraktometrze typu Pulfricha [2] w temperaturze 20 - 100°C przy długości fali $\lambda = 589,3$ nm. Metoda pomiarowa oparta jest na zasadzie odchylenia wiązki światła w pryzmacie w kształcie litery V o kącie łamiącym mniejszym od 90°.

Kuwetę o oryginalnym rozwiązaniu konstrukcyjnym wmontowaną do refraktometru wraz z mieszadłem i czujnikiem termometrycznym połączono z termostatem firmy Haake typ F3C. Przed dokonaniem pomiarów refraktometrycznych sprawdzono stabilność utrzymywania temperatury w badanym układzie za pomocą termometru oporowego - platynowego o dokładności 0,02°C. Stabilność ta wynosi 0,05° - 0,08°C.

Pomiar współczynnika załamania światła wzorców był dokonywany na podstawie pomiaru kąta odchylenia w pryzmacie /kuvecie/ refraktometru i na odczytaniu kąta na podziałce refraktometru. Otrzymany wynik przeliczono na współczynnik załamania światła za pomocą specjalnie opracowanych tablic przeliczeniowych [2]. Pomiary były prowadzone przez dwóch obserwatorów w okresie 1 roku w odstępach 2, 3 i 4 miesięcznych. Uzyskano wyniki przedstawiono w tablicy 1.

Tablica 1

Średnie wyniki pomiarów współczynnika załamania światła wzorców refraktometrycznych w zależności od temperatury i czasu przechowywania uzyskane przez dwóch obserwatorów przy $\lambda = 589,3$ nm.

Table 1. Mean results of refractive index measurements for refractometric standards as a function of temperature and storage time, obtained by two observers at $\lambda = 589,3$ nm.

Nazwa wzorca	Olej metylochlorofeny-silikonowy CR-500					Olej silikonowy AN-100					1-bromonaftalen				
	I	III	V	VIII	XII	I	III	V	VIII	XII	I	III	V	VIII	XII
$n_D^{20^\circ C}$	1,464 50	1,464 53	1,464 48	1,464 49	1,464 54	1,560 07	1,560 11	1,560 15	1,560 02	1,560 09	1,658 20	1,658 24	1,658 19	1,658 20	1,658 23
$n_D^{40^\circ C}$	1,456 63	1,456 60	1,456 59	1,456 63	1,456 58	1,551 80	1,551 90	1,551 89	1,551 86	1,551 87	1,648 94	1,648 92	1,648 96	1,648 90	1,648 93
$n_D^{60^\circ C}$	1,449 19	1,449 18	1,449 24	1,449 21	1,449 19	1,544 26	1,544 20	1,544 16	1,544 28	1,544 18	1,639 67	1,639 65	1,639 66	1,639 62	1,639 65
$n_D^{80^\circ C}$	1,442 21	1,442 21	1,442 26	1,442 20	1,442 28	1,536 12	1,536 20	1,536 18	1,536 21	1,536 15	1,630 42	1,630 41	1,630 44	1,630 46	1,630 41
$n_D^{100^\circ C}$	1,435 01	1,434 98	1,435 00	1,434 97	1,434 92	1,528 15	1,528 19	1,528 18	1,528 20	1,528 13	1,621 14	1,621 15	1,621 17	1,621 13	1,621 14

3. OMÓWIENIE WYNIKÓW

Na podstawie przeprowadzonych pomiarów współczynnika załamania wykonanych w czasie jednego roku stwierdzono, że badane substancje zachowują stabilną wartość współczynnika załamania z maksymalnym błędem $\pm 6 \cdot 10^{-5}$ RI mieszczącym się w granicach błędu metody, który wynosi $\pm 1 \cdot 10^{-4}$ RI [2]. Zatem został spełniony podstawowy warunek stawiany refraktometrycznym wzorcem miar [3].

Analizując wyniki pomiarów współczynnika załamania światła badanych substancji w zależności od temperatury w przedziale temperatur $20 \div 100^{\circ}\text{C}$, stwierdzono, że zależność ta jest liniowa a współczynniki temperaturowe współczynnika załamania światła są ujemne. Dla olejów silikonowych $\frac{dn}{dt} = -4 \cdot 10^{-4}$ RI dla 1-bromonaftalenu $\frac{dn}{dt} = -5 \cdot 10^{-4}$ RI. W celu pełniejszego określenia charakteru zmian współczynników załamania od temperatury zastosowano analizę regresji. Dla 1-bromonaftalenu i oleju metylochlorofenylosilikonowego CR-500 otrzymano zadowalającą aproksymację już równaniem I-stopnia.

Rozrzut uzyskanych wyników scharakteryzowano na podstawie niepewności δ [4] średniej arytmetycznej danej serii pomiarów wg. wzoru

$$\delta = \bar{s} \cdot t,$$

gdzie:

\bar{s} - odchylenie średnie kwadratowe średniej arytmetycznej z danej serii pomiarów,

t - współczynnik z rozkładu t Studenta dla liczby stopni swobody

$k = n - 1$, $n = 5$ przy poziomie prawdopodobieństwa 95 %

i stwierdzono, że wynosi on od $\pm 3 \cdot 10^{-5}$ do $\pm 7 \cdot 10^{-5}$ RI w całym zakresie temperatur.

4. PODSUMOWANIE

1. Wytworzono wzorce refraktometryczne: oleje silikonowe CR-500 i AN-100 oraz 1-bromonaftalen, na zakres temperatur $20 \div 100^{\circ}\text{C}$, odtwarzające wartość współczynnika załamania z niedokładnością $\pm 1 \cdot 10^{-4}$ RI.
2. Wzorce wykazują stabilną wartość w czasie oraz liniową zależność

współczynnika załamania światła od temperatury w badanym zakresie temperatur.

3. Rozszerzono możliwość atestacji wzorców refraktometrycznych względem temperatury do 100°C.
4. Stworzono możliwość sprawdzania refraktometrów włączonych w ciągi produkcyjne i pracujące w temperaturze do ok. 100°C za pomocą legalnych refraktometrycznych wzorców miar.

5. LITERATURA

- [1.] Lenkin M. W., Mołocznikow B.J., Refraktometry automatyczne. Optyko-Mechanicheskaja Promysliennost' 12 /1973/.
- [2.] Tarasiuk M., Grabowski P., Wnukowski W., Determination of refractive index of liquids at elevated temperatures up to 100°C. Scientific Instrumentation. Instruments And Automation Devices For Science. /Przyjęto do druku 1988-11-16/.
- [3.] Zarządzenie Nr 72 Prezesa Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości z dn. 25.III.1982r w sprawie ustalania przepisów ogólnych o wzorcach refraktometrycznych.
- [4.] Polska Norma, Metrologia. Nazwy i określenia. PN-71/N - 02050.

TESTING METHODS FOR REFRACTOMETRIC STANDARDS FOR NEEDS

S u m m a r y

OF THE FOOD INDUSTRY

Testing methods for refractometric standards at elevated temperatures up to 100°C are presented. The refractive index measurements were carried out on silicon oils CR-500 and AN-140 and 1-bromonaphtalene at various temperatures. The results are certificated and the materials are accepted as the legal refractometric standards reproducing refractive index values for the measured temperatures with an uncertainty of $\pm 1 \cdot 10^{-4}$ RI.

МЕТОДЫ АТТЕСТАЦИИ РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
ДЛЯ ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Р е з ю м е

Представлены методы аттестации рефрактометрических стандартных образцов для поверки и градуировки автоматических рефрактометров работающих в повышенных температурах до 100°C .

В результате метрологической аттестации силиконовое масло CR-500, силиконовое масло АН-100 и 1-бромонафталин утверждены как легальные рефрактометрические стандартные образцы в повышенных температурах до 100°C , воспроизводящие показатель преломления с точностью $\pm 1 \cdot 10^{-4}$.