

Krystyna PATEJ

METODY SPRAWDZANIA REFRAKTOMETRÓW WŁĄCZONYCH W LINIE TECHNOLOGICZNE

Streszczenie. W artykule przedstawiono budowę, podział i parametry metrologiczne refraktometrów przemysłowych. Na podstawie tych parametrów opracowano 3 metody sprawdzania i wzorcowania refraktometrów włączonych w linie technologiczne.

1. WSTĘP

Metody refraktometryczne w analizie ilościowej różnych ośrodków ciekłych nabierają coraz większego znaczenia, eliminując pracochłonne i w niektórych przypadkach mniej dokładne metody objętościowe i wagowe. Wysoka dokładność, szybkość, możliwość nieniszczącej kontroli, względna prostota przyrządów pozwala wykorzystywać metody refraktometryczne przy kontroli procesów technologicznych. Refraktometry przemysłowe włączone w linie technologiczne stosowane są w celach analitycznych oraz do sterowania procesami technologicznymi w wielu gałęziach przemysłu.

Celem niniejszej pracy jest opracowanie metody sprawdzania i wzorcowania refraktometrów przemysłowych na podstawie zasady działania oraz parametrów metrologicznych różnego typu refraktometrów.

Objęcie nadzorem metrologicznym refraktometrów pracujących w przemyśle przyczyni się do prawidłowego kontrolowania i sterowania procesami produkcyjnymi, co z kolei wpłynie na poprawę jakości wyrobów.

2. BUDOWA I PODZIAŁ REFRAKTOMETRÓW PRZEMYSŁOWYCH

Refraktometry przemysłowe są najczęściej refraktometrami fotoelektrycznymi przystosowanymi do włączania bezpośrednio w ciągi produkcyjne lub ich linie boczne.

Refraktometry przemysłowe można ogólnie przedstawić jako urządzenia składające się z dwóch zasadniczych części ^[1,2,3]:

- układu pomiarowego wyposażonego w analityczny zespół refraktometryczny, przetwarzający sygnał optyczny w proporcjonalny do niego sygnał elektryczny,
- układu śledzącego, który otrzymany sygnał elektryczny przetwarza, rejestruje i wykorzystuje do kontroli przebiegu procesu technologicznego.

Stosowane obecnie w przemyśle refraktometry można podzielić według wielu różnych kryteriów ^[2]: zakresu pomiarowego, stopnia dokładności, sposobu rejestracji, sygnału optycznego, metody pomiaru współczynnika załamania światła, charakteru źródła promieniowania czy według temperatury badanego medium.

Jednym z istotnych kryteriów podziału refraktometrów jest zasada pomiaru współczynnika załamania światła lub wielkości funkcjonalnie z nim związanej /np. stężenie/. W układach pomiarowych refraktometrów przemysłowych wykorzystuje się zasadniczo 4 metody ^[1-4]:

- pomiar kąta odchylenia promieniowania w pryzmacie,
- pomiar kąta granicznego całkowitego wewnętrznego odbicia,
- pomiar energetycznych lub polaryzacyjnych charakterystyk promieniowania odbitego przy kącie mniejszym od kąta całkowitego odbicia /np. natężenia, stanu polaryzacji/,
- interferencyjną.

Wyznaczanie współczynnika załamania światła ośrodków przezroczystych przeprowadza się w większości przypadków metodą pomiaru kąta odchylenia w pryzmacie lub metodą interferencyjną. Przy pracy z ośrodkami nieprzezroczystymi stosuje się metodę pomiaru kąta całkowitego wewnętrznego odbicia lub pomiaru charakterystyk promieniowania odbitego przy kącie mniejszym od kąta granicznego.

3. PARAMETRY METROLOGICZNE

Kontrola charakterystyk metrologicznych refraktometrów przemysłowych obejmuje sprawdzenie następujących parametrów przyrządu ^[3,5,6,7]:

- zakresu pomiarowego,
- błęd pomiaru współczynnika załamania światła /błąd podstawowy/,

- zmianę wskazań przyrządu spowodowaną zmianą zewnętrznych wielkości wpływających /np. temperatura, ciśnienie/, /błąd dodatkowy/,
- charakterystyki dynamicznej, która określa błędy powstające przy pomiarze parametru zmiennego w czasie /np. kompensacji wahań temperatury mierzonego medium/,
- stabilności normowanej nieprzerwaną pracą przyrządu przez 8, 12 lub 24 godz.

Badanie parametrów metrologicznych przyrządów należy przeprowadzać w ściśle określonych warunkach /stała temperatura, wilgotność i ciśnienie powietrza, stałe napięcie prądu itp./^[6].

Sprawdzenia i wzorcowania refraktometrów dokonuje się za pomocą wzorcowych środków pomiaru /przyrządów kontrolnych lub wzorców/, których klasa dokładności jest nie mniej niż trzy razy większa od klasy dokładności sprawdzanego przyrządu.

4. METODY SPRAWDZANIA REFRAKTOMETRÓW PRZEMYSŁOWYCH

Oporając się na omówionych w poprzednim punkcie wymaganiach dotyczących kontroli charakterystyk metrologicznych refraktometrów przemysłowych i własnym doświadczeniu opracowano 3 metody sprawdzania i wzorcowania refraktometrów włączonych w linie technologiczne:

- metodę sprawdzania za pomocą legalnych wzorców refraktometrycznych o dokładności przewyższającej trzykrotnie dokładność sprawdzanych przyrządów,
- pośrednią metodę sprawdzania za pomocą wielkości fizycznych funkcjonalnie związanych ze współczynnikiem załamania światła, np. sprawdzanie na podstawie wykorzystanej zależności $n = f(t)$,
- metodę z wykorzystaniem wzorców w postaci klina.

4.1. METODA SPRAWDZANIA WSKAZAŃ REFRAKTOMETRÓW ZA POMOCĄ LEGALNYCH WZORCÓW REFRAKTOMETRYCZNYCH

Sprawdzenie wskazań refraktometru tą metodą można przeprowadzić dwoma sposobami: kiedy przyrząd znajduje się w instalacji przemysłowej lub jest z niej usunięty.

Najprostszym sposobem sprawdzenia przyrządu jest umieszczenie cieczy wzorcowej na pryzmacie refraktometru po zamknięciu dopływu bada-

nego produktu i odczytanie jego wskazań po ustaleniu się temperatury. W sposób opisany powyżej sprawdza się skalę refraktometru w trzech punktach za pomocą trzech różnych wzorców refraktometrycznych. Wartości współczynników załamania światła wzorców wyznaczone są z dokładnością 3 razy większą niż dokładność sprawdzanego przyrządu. Na podstawie obliczonego błędu bezwzględnego $\Delta n = n - n_{wz}$ można w razie potrzeby skorygować wskazania badanego przyrządu.

Jeżeli nie ma możliwości zamknięcia dopływu badanego medium do refraktometru, sprawdzanie wskazań przeprowadza się za pomocą refraktometru kontrolnego, wyznaczając wartość współczynnika załamania światła badanego produktu w temperaturze procesu produkcyjnego. Porównując uzyskany wynik z wynikiem otrzymanym na refraktometrze badanym można skorygować wskazanie sprawdzanego przyrządu.

Wymiana głównych części układu refraktometrycznego lub przegląd okresowy przyrządu wymaga usunięcia refraktometru z instalacji produkcyjnej. Przed ponownym zamontowaniem należy sprawdzić jego parametry metrologiczne. Główną czynnością w tym przypadku jest sprawdzenie błędów pomiaru współczynnika załamania światła lub wielkości funkcjonalnie z nim związanej oraz błędów amplitudy /wychylenie/ zakresu pomiarowego.

Sprawdzenie błędów amplitudy przeprowadza się za pomocą dwóch cieczy wzorcowych o niskiej i wysokiej wartości współczynnika załamania światła, w specjalnej kuwecie nakładanej na pryzmat przyrządu, utrzymując określoną stałą temperaturę pomiaru. W przypadku nieobecności błędów amplitudy obliczony błąd bezwzględny dla cieczy wzorcowej o wysokiej wartości n powinien być równy zeru.

4.2. POŚREDNIA METODA SPRAWDZANIA WSKAZAŃ REFRAKTOMETRU ZA POMOCĄ WIELKOŚCI FUNKCJONALNIE ZWIĄZANYCH ZE WSPÓŁCZYNNIKIEM ZAŁAMANIA ŚWIATŁA

Pośrednia metoda sprawdzania wskazań refraktometru polega na wyznaczeniu wielkości funkcjonalnie związanych ze współczynnikiem załamania światła. Najczęściej wykorzystuje się zależność współczynnika załamania światła od temperatury $n=f/t$. Metoda ta polega na zastosowaniu jednego

wzorca i dokonywaniu pomiarów n przy zmianie temperatury stale o tę samą wartość, co pozwala sprawdzić skalę przyrządu w kilku lub kilkunastu punktach, w zależności od wielkości zakresu pomiarowego temperatury. Jako substancje wzorcowe stosuje się wyłącznie cieciske, dla których znana współczynnik załamania światła z temperaturą przebiega w sposób liniowy i dobrane są w zależności od zakresu pomiarowego sprawdzanego refraktometru [B-11].

Metodę tę można stosować do sprawdzenia refraktometrów wyposażonych w urządzenia termostatyzujące pryzmat pomiarowy. W trakcie sprawdzania refraktometr jest wyłączony z instalacji produkcyjnej.

4.3. METODA Z WYKORZYSTANIEM WZORCÓW W POSTACI KLINA

Metoda polega na sprawdzeniu wskazań skali refraktometru za pomocą wzorców stałych w postaci klinów. Wzorce stałe w postaci klinów zostały wprowadzone przez radijską służbę miar i stosowane jako wzorcowe środki pomiarowe o efektywnej wartości różnicy współczynnika załamania światła $2 \cdot 10^{-5} \div 2 \cdot 10^{-3}$ RI [13]. Metodę tę z dużym powodzeniem wykorzystuje się przy wzorcowaniu i sprawdzaniu refraktometrów różnicowych.

Wzorec w postaci klina odchylającego wprowadza się w oś optyczną refraktometru. Następnie poprzez obrót klina w płaszczyźnie południkowej refraktometru wyznacza się wartości różnicy współczynnika załamania. Kąt odchylenia β_0 klina, uprzednio dokładnie zmierzonym np. metodą goniometryczną, odpowiada efektywna wartość różnicy współczynników załamania Δn_{ef} :

$$\Delta n_{ef} = \frac{\beta_0}{k - \operatorname{tg} \alpha_0},$$

gdzie:

- α_0 - kąt łamiący różnicowej kufy refraktometrycznej,
- k - liczba wiązek światła przechodzących przez kufę,
- β_0 - kąt odchylenia klina.

Porównując zmierzoną na refraktometrze wartość Δn z Δn_{ef} ocenia się błąd pomiaru przyrządu. Wzorec w postaci klina jest stabilny i nie zależy od temperatury.

5. PODSUMOWANIE

W pracy niniejszej przedstawiono ogólną budowę, podział i charakterystykę metrologiczną refraktometrów przemysłowych. W oparciu o zasadę działywania oraz parametry metrologiczne różnego typu refraktometrów przemysłowych, opracowano trzy metody sprawdzania i wzorcowania refraktometrów włączonych w linie technologiczne.

Wybór optymalnej metody sprawdzania refraktometrów przemysłowych zostanie dokonany po wypróbowaniu opracowanych metod w Zakładach Przetwórstwa Owocowo-Warzywnego.

6. LITERATURA

- [1] Kotecki A., Refraktometry przemysłowe. Pomiary. Automatyka. Kontrola, 10, 1964, Nr 8, 347-356
- [2] Lenkin M.W., Mołocznikow B.J., Refraktometry automatyczne. Optyko-Mechaniceskaja Promysziennost' 12/1973/, 59-65
- [3] Ajollo E.S., Wołkowa E.A., Korabiełow M.A., Komprakow I.U., Naubandow L.W., Refraktometry przemysłowe i metody ich sprawdzania, Izmiertielnaja Technika, 1970, Nr 6, 55
- [4] Lenkin M.W., Mołocznikow B.J., Morozow W.N., Szakarian E.S., Refraktometria odbiciowa. Izdatielstwo Maszynostroenie, Moskwa, 1983, 83-115
- [5] Norma PN-80, M-42020. Automatyka i pomiary przemysłowe. Urządzenia. Ogólne wymagania
- [6] Norma GOST 12997-84. Wyroby GSP. Ogólne warunki techniczne
- [7] Norma GOST 22729-84. Analizatory cieczy GSP
- [8] Miller D., Automatyczne analizatory refraktometryczne. Przemysł chemiczny, 45, 1966, nr 11, 596-601
- [9] Tarasiuk M., Oleja silikonowe jako wzorce do analizatorów refraktometrycznych. Materiały IV Konferencji Chemii Analitycznej, 26-31. 08.1974 Warszawa, GG-17, 153
- [10] Tarasiuk M., Opracowanie silikonów, oligosilikonów jako wzorców refraktometrycznych do sprawdzania refraktometrów ręcznych i przemysłowych. Dokumentacja wewnętrzna PKNMIJ, 1973

- [11] Tarasiuk M., Patej K., Rozszerzenie zakresu pomiaru współczynnika załamania światła na temperaturę 50 - 100°C. Dokumentacja wewnętrzna WZORMAT-PKNMIJ, Praca 15/81, etap 3, 1983
- [12] Owczinnikowa L.N., Mołocznikow B.I., Patent ZSRR, GOIN 21/41, SU 1109598 A., Moskwa 1984

THE TESTING METHODS FOR INDUSTRIAL REFRACTOMETERS

S u m m a r y

Construction, classification and metrological characteristic for industrial refractometers is presented. The following methods for calibration and verification of industrial refractometers were elaborated:

1. by means of the legal liquid refractive index standards
2. using the functional relations between some physical parameters and refractive index value /mediate method/
3. using a glass wedge as a solid refractive index standard.

МЕТОДЫ АТТЕСТАЦИИ И КАЛИБРОВКИ ПРОМЫШЛЕННЫХ РЕФРАКТОМЕТРОВ

Р е з ю м е

Представлена конструкция, классификация и метрологическая характеристика промышленных рефрактометров.

Разработаны три метода аттестации и калибровки промышленных рефрактометров:

1. метод аттестации при помощи жидких рефрактометрических стандартных образцов
2. посредственный метод аттестации, использующий функциональную зависимость показателя преломления от некоторых физических параметров ип. температуры
3. способ аттестации с использованием образцового стеклянного клина.