

С. В. Садовников, М. Е. Фролов,
А. М. Хорохоров

КАЛИБРОВКА ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ОТРАЖАТЕЛЬНОГО РЕФРАКТОМЕТРА

Рассмотрен автоматический отражательный рефрактометр, предназначенный для измерения показателя преломления жидких сред в диапазоне от 1,31 до 1,56. Предложена оригинальная методика калибровки рефрактометра, заключающаяся в построении градуированной характеристики прибора с использованием твердых оптических материалов. Приведены результаты калибровки.

В настоящей работе рассмотрены особенности расчета и калибровки автоматических отражательных жидкостных рефрактометров.

Существуют разные способы измерения показателя преломления. Они различаются по точности измерения, их применение зависит от размеров, сложности и стоимости конструкции прибора. В настоящей работе рассматривается недорогой рефрактометр для широкого применения в диапазоне изменения показателя преломления от 1,31 до 1,56 с погрешностью порядка 10^{-4} , работающий по отражательной схеме на спектральной линии D .

Оптическая схема рефрактометра представлена на рис. 1. Осветительная ветвь, состоящая из светодиода 1 (с максимальной длиной волны $\lambda_{\max} = 589$ нм) и конденсора 2, формирует световое пятно диаметром 2 мм на границе раздела исследуемой жидкости с призмой 3. Измерительная ветвь, состоящая из рефрактометрической призмы 3, объектива 4 и ПЗС-линейки 5, установленной в задней фокальной плоскости объектива 4, служит для анализа углового спектра излучения, пре-

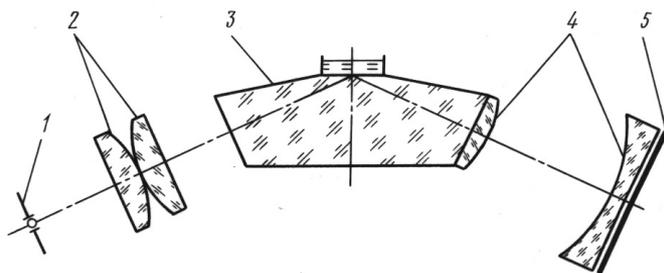


Рис. 1. Оптическая схема отражательного фотоэлектрического рефрактометра

терпевающего отражение на границе раздела призма–среда. Полученный на ПЗС-линейке сигнал оцифровывается и передается для дальнейшей обработки в ЭВМ, соединенную с прибором последовательным интерфейсом. В рассматриваемой реализации прибора использовалась ПЗС-линейка, имеющая размер площадки $8 \text{ мкм} \times 200 \text{ мкм}$, общее число ячеек 3648, длину чувствительной поверхности 29,184 мм.

Угловой спектр отраженного от границы раздела излучения, т.е. зависимость коэффициента отражения границы раздела призма–жидкость от угла падения излучения и относительного показателя преломления, определяется формулами Френеля

$$\begin{aligned} R_{\text{пар}} &= \frac{\text{tg}^2(\theta_i - \arcsin(n_{12} \sin \theta_i))}{\text{tg}^2(\theta_i + \arcsin(n_{12} \sin \theta_i))}, \\ R_{\text{пер}} &= \frac{\sin^2(\theta_i - \arcsin(n_{12} \sin \theta_i))}{\sin^2(\theta_i + \arcsin(n_{12} \sin \theta_i))}, \\ n_{12} &= \frac{n_2}{n_1}, \end{aligned} \quad (1)$$

где $R_{\text{пар}}$ и $R_{\text{пер}}$ — коэффициенты отражения при параллельной и перпендикулярной поляризации соответственно; n_1, n_2 — показатели преломления жидкости и призмы соответственно; θ_i — угол падения луча на поверхность. Из формул (1) видно, что коэффициент отражения зависит от угла θ_i , от поляризации падающего света и от относительного показателя преломления n_{12} . Поскольку в качестве источника излучения в схеме применяется светодиод (источник неполяризованного излучения), то для использования только параллельной или перпендикулярной составляющих излучения требуется применение поляризатора. В случае его отсутствия используется среднее распределение освещенности от двух поляризационных составляющих.

Определение показателя преломления исследуемой жидкости включает в себя следующие этапы:

- запись в память прибора распределения освещенности на ПЗС-линейке при отсутствии жидкости (опорного сигнала, рис. 2, а);
- запись в память прибора распределения освещенности при наличии исследуемой жидкости (рабочего сигнала, рис. 2, б);
- выполнение операции деления рабочего сигнала на опорный сигнал (рис. 2, в);
- фильтрация;
- определение положения границы свет–тьень;
- определение показателя преломления по градуировочной характеристике прибора.

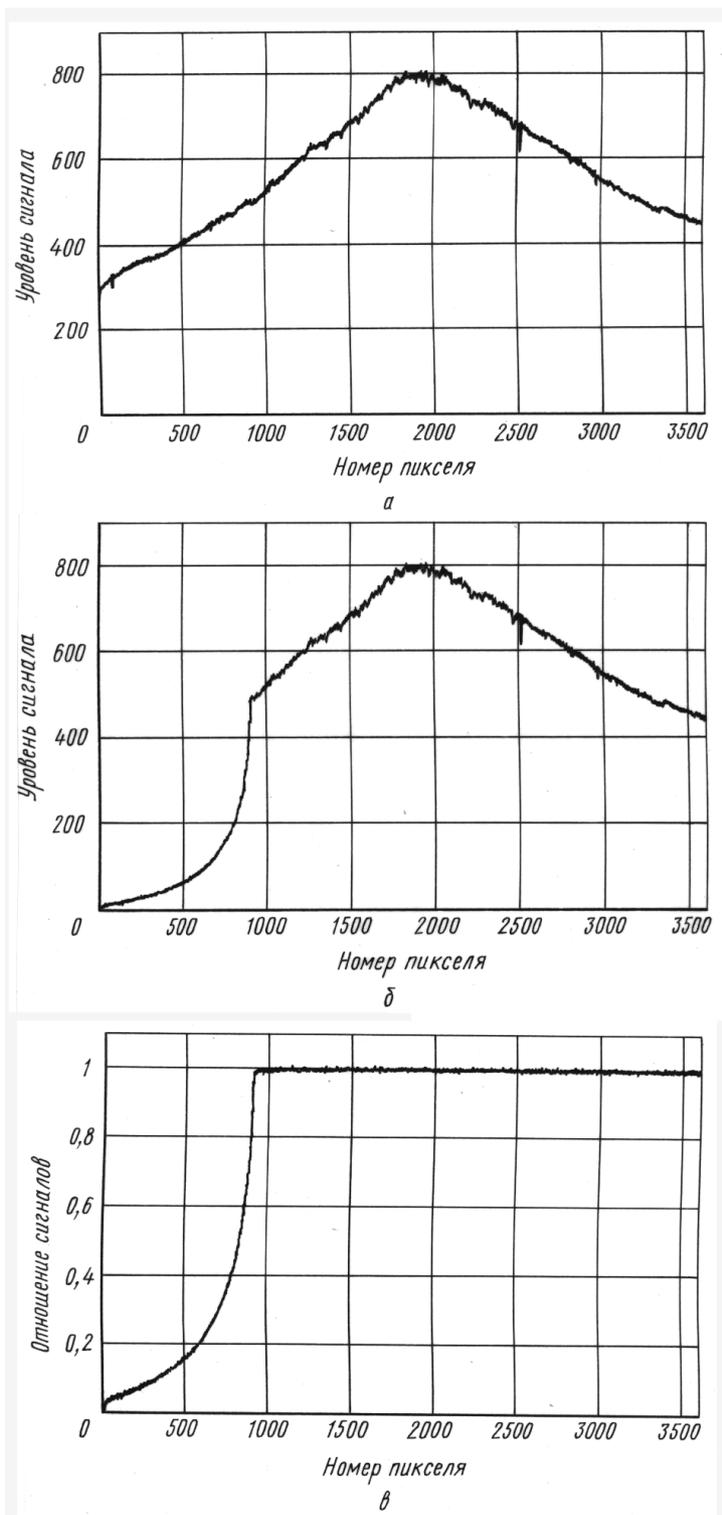


Рис. 2. Опорный сигнал (а), рабочий сигнал (б) и отношение сигналов (в)

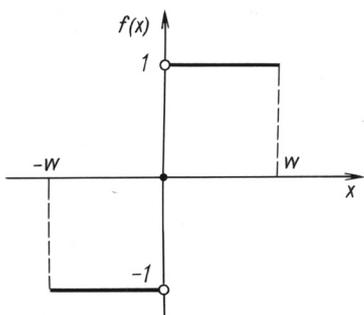


Рис. 3. Вид вспомогательной функции

Фильтрация сигнала проводится с целью уменьшения уровня шумов. В приборе она выполняется путем свертки сигнала, представленного на рис. 2, б, с прямоугольной функцией определенной ширины (при реализации в приборе ширина составляла 10 пикселей).

Для определения положения границы свет–тьень отфильтрованный сигнал подвергается дополнительной свертке с функцией $f(x)$, представленной на рис. 3, где w — полуширина функции.

Максимум полученной функции соответствует границе свет–тьень.

Для определения искомого значения показателя преломления прибор необходимо предварительно откалибровать. С этой целью часто используются эталонные жидкости с известным показателем преломления. Процедура обработки сигнала при этом аналогична описанной. При такой калибровке возникают погрешности, связанные с температурной зависимостью показателя преломления жидких эталонов. При этом многие эталонные жидкости характеризуются большой летучестью, приводящей к неконтролируемому изменению температуры. Исключением является дистиллированная вода, температурная зависимость показателя преломления которой незначительна и хорошо изучена.

В связи с этим авторами разработана оригинальная методика калибровки рефрактометра. Сущность этой методики заключается в том, что для построения градуировочной характеристики прибора предложено использовать ряд твердых оптических материалов, значения показателя преломления которых принадлежат рабочему диапазону измерения рефрактометра. В качестве таких материалов были использованы оптические стекла ЛК1, ЛК6, ЛК7, БК6, К8 и кристалл LiF. Из этих материалов были изготовлены эталонные плоскопараллельные пластины, которые удовлетворяли требованиям ГОСТа 28869–90 “Материалы оптические. Методы измерения показателя преломления”. Показатели преломления образцов известны с точностью до $\pm 1 \cdot 10^{-5}$. При калибровке образцы устанавливались на рабочую поверхность призмы с использованием буферного слоя жидкости, имеющей высокий показатель преломления. В качестве такой жидкости использовался альфа-монобромнафталин.

При использовании плоскопараллельных пластин в качестве эталонов возникает погрешность, вызванная непараллельностью рабочей

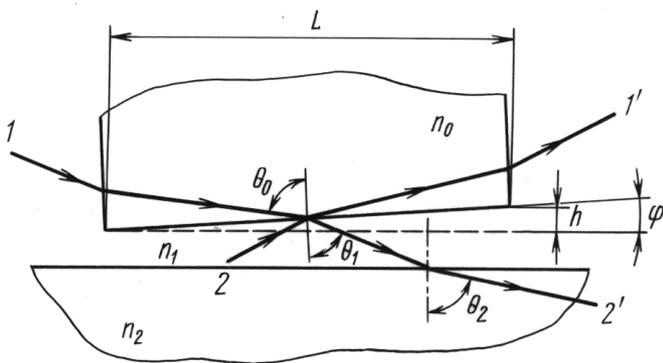


Рис. 4. Оптический клин:

n_0 , n_1 и n_2 — показатели преломления твердого эталона, буферной жидкости и призмы соответственно; L — длина эталона; h — высота клина на краю эталона

грани призмы и поверхности эталона (рис. 4). Поскольку клиновидность буферного слоя, определяемая углом φ , приводит к смещению отсчетов сигнала на ПЗС-линейке, найдем допустимую величину угла φ , при которой методическая погрешность градуировки рефрактометра не превышает заданного значения δn_0 .

При $\varphi = 0$ угол θ_2 полного внутреннего отражения (для луча 2–2', рис. 4) определяется известным соотношением

$$\sin \theta_2 = \frac{n_0}{n_2},$$

из которого легко определяется диапазон углов $\delta \theta_2$ при изменении n_0 на заданное допустимое значение δn_0 :

$$\delta \theta_2 = \frac{\delta n_0}{n_2 \cos \theta_2}. \quad (2)$$

При наличии клиновидности пластины угол θ_1 отражения луча, соответствующего полному внутреннему отражению, изменится на φ , а изменение угла θ_2 легко определить из закона преломления:

$$n_1 \cos \theta_1 \delta \theta_1 = n_2 \cos \theta_2 \delta \theta_2.$$

При $\delta \theta_1 = \varphi$, следовательно, получим

$$\delta \theta_2 = \frac{n_1 \varphi \cos \theta_1}{n_2 \cos \theta_2}. \quad (3)$$

Сравнивая выражения (2) и (3), получим

$$\delta n_0 = n_1 \varphi \cos \theta_1. \quad (4)$$

Как видно из полученного выражения (4), клиновидность буферного слоя вносит погрешность в измерения показателя преломления, которую можно считать методической погрешностью градуировки.

Для уменьшения этой погрешности следует, по возможности, минимизировать значение угла φ . Этот угол предлагается контролировать путем наблюдения в клине интерференционной картины в отраженном свете (луч $1-1'$, см. рис. 4). Оценим число полос, наблюдаемых при наличии клиновидности между поверхностями призмы и эталона.

Для оптической разности Δ хода лучей при толщине h имеем

$$\Delta = m\lambda = 2hn_1 \cos \theta_1,$$

откуда

$$\delta\Delta = \delta m\lambda = 2\delta hn_1 \cos \theta_1,$$

где $\delta h = \varphi L$. Таким образом, получим допустимое число интерференционных полос:

$$\delta m = \frac{2n_1\varphi L \cos \theta_1}{\lambda} = \frac{2\delta n_0 L}{\lambda}.$$

Размер образцов составляет $L = 10$ мм. Если в качестве допустимой погрешности градуировки принять значение $\delta n_0 = 2 \cdot 10^{-5}$, то из последнего выражения получим $\delta m \approx 0,7$. Контроль угла φ с заданной погрешностью легко обеспечивается даже при визуальном способе регистрации.

По шести эталонным образцам была проведена калибровка прибора. Для каждого эталона проводилась серия измерений, по результатам которой для каждого образца находился номер пикселя, определяющий положение границы свет-тьень.

Результаты калибровки прибора представлены в таблице.

Эталон	Показатель преломления n_D	Номер пикселя
Вода	1,33300	310,5
Кристалл LiF	1,39178	962,8
Стекло ЛК1	1,43973	1560,0
Стекло ЛК6	1,47118	1983,7
Стекло ЛК7	1,48287	2149,8
Стекло К8	1,51661	2685,9
Стекло БК6	1,53973	3137,6

Примечание: n_D — показатель преломления на спектральной линии D .

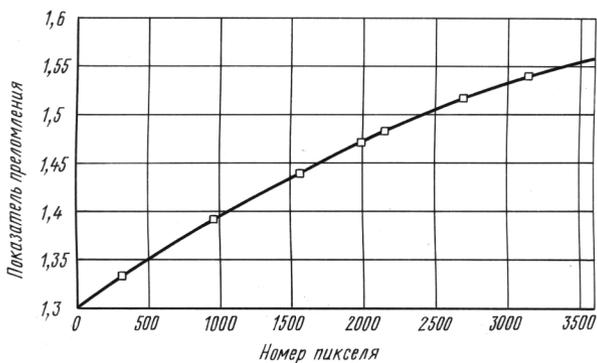


Рис. 5. Калибровочная характеристика прибора:
 □ — значения показателя преломления для эталонов

По этим данным была построена зависимость показателя преломления исследуемой жидкости от номера пикселя, определяющего положение границы свет-тьень (рис. 5). Зависимость описывается полиномом пятой степени. Нахождение коэффициентов полинома проводилось с помощью метода наименьших квадратов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лейкин М. В., Молочников Б. И., Морозов В. Н., Шакарян Э. С. Отражательная рефрактометрия. – Л.: Машиностроение, 1983. – 223 с.
2. Борн М., Вольф Э. Основы оптики. – М.: Наука, 1973. – 720 с.

Статья поступила в редакцию 27.06.2002

Сергей Владимирович Садовников родился в 1979 г. Студент МГТУ им. Н.Э. Баумана. Специализируется в области рефрактометрии и математического моделирования процессов.

S.V. Sadovnikov (b. 1979) — student of the Bauman Moscow State Technical University. Specializes in the field of refractometry and mathematical simulation of processes.

Максим Евгеньевич Фролов родился в 1979 г. Студент МГТУ им. Н.Э. Баумана. Специализируется в области рефрактометрии и оптических устройств хранения информации.

M.Ye. Frolov (b. 1979) — student of the Bauman Moscow State Technical University. Specializes in the field of refractometry optical devices of data storage.

Алексей Михайлович Хорохоров родился в 1945 г., окончил в 1968 г. МВТУ им. Н.Э. Баумана. Канд. техн. наук, старший научный сотрудник кафедры “Лазерные и оптико-электронные приборы управления” МГТУ им. Н.Э. Баумана. Автор более 70 научных работ в области оптико-электронного приборостроения.

A.M. Khorokhorov (b. 1945) graduated from the Bauman Moscow State Technical School in 1968. Ph.D. (Eng.), senior researcher of “Laser and Optical-and-Electronic Devices of Control” department of the Bauman Moscow State Technical University. Author of more than 70 publications in the field of optical-and-electronic devices engineering.

