

POŁSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 46958

Kl. 42 h, 36
Kl. internat. G 02 d

Centralne Laboratorium Aparatów Pomiarowych i Optyki*)

Warszawa, Polska

Refraktometr interferencyjny

Patent trwa od dnia 16 maja 1962 r.

Refraktometr będący przedmiotem niniejszego wynalazku jest przeznaczony do pomiaru współczynnika załamania światła substancji ciekłych i ciał stałych w warunkach laboratoryjnych i przemysłowych a także do regulacji różnych procesów chemicznych i przetwórczych na podstawie zmian tego współczynnika.

Znane dotychczas refraktometry interferencyjne działające na zasadzie przepuszczania dwóch równoległych wiązek światła przez środowisko badane i środowisko wzorcowe, oraz pomiary wielkości przesunięcia fazowego (prążków interferencyjnych) po przejściu wiązek przez obydwa ośrodki mają tę zasadniczą wadę że umożliwiają pomiar współczynników załamania światła tylko niewiele różniących się od współczynnika środowiska wzorcowego, ponieważ niewielkie nawet różnice tych współczynników po-

wodują bardzo znaczne przesunięcia fazowe. Wskutek tego wymagają one stosowania wielu ośrodków wzorcowych co pociąga za sobą niedogodności natury technicznej oraz konieczność dokonania bardzo dokładnych pomiarów tych właśnie współczynników ośrodków wzorcowych. Znane są również refraktometry interferencyjne, działające na zasadzie przepuszczania fali równoległej równocześnie przez dwa ośrodki oddzielone od siebie granicą równoległą do kierunku promienia fali przepuszczanej, przy czym jeden z tych ośrodków jest ośrodkiem wzorcowym. Przesunięcie fazowe ma wówczas charakter uskoku pionowego, którego wartość jest funkcją współczynnika załamania obydwu ośrodków. Jednak refraktometry tego rodzaju mają te same wady co wyżej opisane.

Powyższe wady i niedogodności usuwa refraktometr interferencyjny według wynalazku w którym granica zetknięcia się płyty wykonanej z ośrodka wzorcowego z ośrodkiem badanym

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Maksymilian Piłta.

jest nachylona pod określonym kątem do powierzchni przepuszczanej przez refraktometr fali płaskiej, dzięki czemu przesunięcie fazowe ma charakter skośnego uskoku, przy czym kąt nachylenia tego uskoku do powierzchni fali płaskiej jest funkcją współczynników załamania światła jednego ośrodka względem drugiego. Fala przepuszczona przez refraktometr zostaje następnie rozdwojona za pomocą znanego urządzenia optycznego, na przykład pryzmatu Wollastona, umożliwiając dokonanie pomiaru różnicy drogi optycznej na uskoku fazowym przez wygaszanie lub zrównywanie jasności pól obrazu interferencyjnego uskoku płyty refraktometru i obszaru sąsiadującego z nią. Dzięki temu uzyskuje się odpowiednie zmniejszenie wielkości mierzonej w stosunku do wielkości przesunięcia fazowego i znaczne rozszerzenie zakresu pomiarowego refraktometru w stosunku do znanych dotychczas urządzeń tego typu, a ponadto umożliwia bezpośrednie zastosowanie fotoelektrycznego układu odczytowego, rejestrującego i sterującego.

Wynalazek jest wyjaśniony na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat optyczny refraktometru, fig. 2 — powierzchnię fali płaskiej, przepuszczanej, fig. 3 — powierzchnię fali po przepuszczeniu przez płytkę refraktometru z ukośnym uskoku, fig. 4 — powierzchnię tej fali po rozdwojeniu, fig. 5 — powierzchnię fal, które wygaszono w obszarze uskoku, a fig. 6 — powierzchnię fal, w których wyrównano jasność w obszarze uskoku i poza nim, fig. 7 — schemat optyczny refraktometru do pomiarów mikroskopowych, fig. 8 — obraz pola widzenia przy pomiarze metodą wygaszenia obrazu na granicach uskoku, fig. 9 — obraz źrenicy wyjściowej obiektywu refraktometru w trakcie tego pomiaru, fig. 10 — obraz pola widzenia refraktometru przy pomiarze metodą zrównywania jasności uskoku i obszarów sąsiadujących z nim, fig. 11 — schemat refraktometru laboratoryjnego (służącego do pomiarów makroskopowych), fig. 12 — schemat refraktometru laboratoryjnego z fotoelektrycznym urządzeniem odczytowym i pomiarowym, a fig. 13 — schemat refraktometru przemysłowego, umożliwiającego ciągłą rejestrację zmian współczynnika załamania oraz sterowanie procesem wytwarzania, który powoduje te zmiany.

Zasada działania refraktometru (fig. 1 do 6) polega na wykorzystaniu do pomiaru współczynnika załamania światła — spadku przesunięcia

fazowego (różnicy drogi optycznej) fali świetlnej przechodzącej przez warstwę zachodzących na siebie wzdułuż ukośnego uskoku dwóch środowisk: badanego i odniesienia.

Płaska fala świetlna Σ_p (fig. 2) pada na szklaną płytkę refraktometryczną R (fig. 1) o współczynniku załamania N zaopatrzoną w ukośny uskok, pod kątem α do podstawy płytki, z którym graniczy badana ciecz o współczynniku załamania n . Po przejściu przez płytkę R fala Σ_p przyjmuje kształt fali (fig. 3), a następnie zostaje rozdwojona za pomocą elementów dwójłomnych na przykład pryzmatu Wollastona lub innych urządzeń na dwie fale Σ_o i Σ_e (fig. 4). Spadek (gradient) przesunięcia fazowego $\Sigma:r$ fali β powstający na uskoku płytki refraktometrycznej i wyrażający się tangensem kąta β , jest następującą funkcją różnicy współczynników załamania materiału płytki i sąsiadującej z nią cieczy oraz kąta uskoku:

$$\operatorname{tg} \beta = (N - n) \operatorname{tg} \alpha. \quad (1)$$

Ponieważ zaś

$$\operatorname{tg} \beta = \frac{\Delta}{r}, \quad (2)$$

gdzie Δ jest różnicą drogi optycznej między falą Σ_o i Σ_e w obrębie uskoku (obszar II na fig. 1), r — rozdwojeniem poprzecznym fal Σ_o i Σ_e . Łącząc równania (1) i (2) otrzymuje się następującą zależność:

$$n = N - \frac{\Delta}{r \operatorname{tg} \alpha}, \quad (3)$$

przy czym Δ dla $n > N$ jest ujemne, a dla $n < N$ — dodatnie. Ponieważ N , r oraz α są dla refraktometru wartościami stałymi wyznaczenie współczynnika załamania n badanej cieczy za pomocą refraktometru według wynalazku sprowadza się do pomiaru wartości Δ .

Pomiar Δ może być według wynalazku zrealizowany dwoma zasadniczymi sposobami (fig. 1c, d). Jeden z nich polega na sprowadzaniu różnicy drogi optycznej w obrębie uskoku (obszar II na fig. 5) do wartości poza uskoku (obszar I lub III na fig. 4), drugi — na doprowadzeniu różnicy drogi optycznej w obrębie uskoku i poza nim do takiej samej wartości (fig. 6). W pierwszym przypadku wyznacza się całkowitą wartość Δ , a w drugim wartość $\Delta/2$.

Fig. 7 przedstawia schemat przykładowego rozwiązania refraktometru interferencyjnego przeznaczonego do badań mikroskopowych.

Składa się on z mikroskopu interferencyjno-polarizacyjnego, mikroskopu pomocniczego oraz z płytki refraktometrycznej R z kanałikiem o ukośnym uskoku wypełnionym badaną cieczą, umieszczonej na stoliku mikroskopu. W skład układu optycznego mikroskopu interferencyjno-polarizacyjnego wchodzi następujące zasadnicze części: kondensator K z przysłoną szczelinową S , obiektyw Ob o powiększeniu 5 do 10 $\times$, polaryzator kwarcowy P dwójłomny pryzmat Wollastona W o kącie łamiącym $\varphi = 30' - 45'$; płytka mikrometryczna M do pomiaru przesuwu tego pryzmatu, analizator A oraz mikroskopowa nasadka okularowa dwuocznna N , zaopatrzona w okular Ok do obserwacji obrazu interferencyjnego. Szczelina S znajduje się w ognisku kondensatora i biegnie równolegle do krawędzi łamiącej pryzmatu dwójłomnego, natomiast polaryzator P i analizator A są między sobą skrzyżowane i ich płaszczyzny polaryzacji tworzą z krawędzią łamiącą pryzmatu W kąt 45° . Pryzmat dwójłomny W w mikroskopie jest umieszczony w takiej odległości od obiektywu Ob , aby punkt rozdzielenia promieni świetlnych (punkt C) pokrywał się z ogniskiem obrazowym obiektywu. Mikroskop pomocniczy Mp służy do odczytywania podziałki płytki mikrometrycznej M .

Działanie refraktometru interferencyjnego przedstawionego na fig. 7 opisano poniżej. Wychożąca z kondensatora płaska fala świetlna Σ_p po przejściu przez płytkę refraktometryczną R przyjmuje kształt fali Σ , która wpada do obiektywu Ob i zostaje liniowo spolaryzowana przez polaryzator P , a następnie rozdwojona na dwie fale: zwyczajną Σ_o i nadzwyczajną Σ_e , spolaryzowane względem siebie w płaszczyznach wzajemnie prostopadłych.

Fale te po przejściu przez analizator A interferują ze sobą dając obraz obserwowany za pomocą okulara Ok , który ma postać jednorodnej barwy interferencyjnej. Płytkę refraktometryczną R ustawia się następnie tak, aby dolny albo górny brzeg uskoju znajdował się na osi optycznej mikroskopu. Pole widzenia mikroskopu jest wówczas podzielone na dwie równe części I i II o różnym zabarwieniu w przypadku stosowania światła białego lub o różnej jasności, w przypadku — światła monochromatycznego (fig. 8).

Pomiar Δ przeprowadza się w zerowym rzędzie interferencyjnym. Mianowicie przesuwając pryzmat dwójłomny W za pomocą pokrętki B ustawia się go w takim położeniu (p_0) aby I połówka obrazu, stanowiąca obraz płytki refraktometrycznej poza uskoki, została maksymal-

nie wygaszona (fig. 8 lewa), a następnie przesuwając go do położenia p_1 , przy którym druga połówka II, będąca obrazem interferencyjnym uskoju również zostaje maksymalnie wygaszona (fig. 8 prawa). Różnicę położenia $p_1 - p_0$ odczytuje się na płytce mikrometrycznej M za pomocą mikroskopu pomocniczego Mp a Δ oblicza się ze wzoru:

$$\Delta = (p_1 - p_0) \Delta_p, \quad (4)$$

gdzie Δ_p jest wartością stałą wyrażającą przesunięcie fazowe między falami Σ_o i Σ_e przypadające na jednostkę przesuwu pryzmatu dwójłomnego.

Pomiar współczynnika załamania za pomocą opisanego refraktometru wprowadza się więc do pomiaru przesuwu pryzmatu dwójłomnego, przy czym zależność między mierzonym współczynnikiem załamania a przesunięciem pryzmatu jest liniowa co daje możliwość łatwego cechowania refraktometru. Położenie p_0 dla danego ustawienia płytki refraktometrycznej jest przy tym stałe i ma charakter położenia zerowego, natomiast ze zmianą współczynnika załamania badanej cieczy zmienia się tylko położenie p_1 .

Wizualna obserwacja maksymalnego zaciemnienia jednej a następnie drugiej połówki pola widzenia jest dość subiektywna. Bardziej dokładne nastawienie pryzmatu dwójłomnego można uzyskać obserwując obraz dyfrakcyjny tworzący się w płaszczyźnie ogniskowej obrazowej obiektywu Ob . W tym celu na miejsce okulara Ok wstawia się drugi pomocniczy mikroskop Mp , który ogniskuje się na źrenicy wyjściowej obiektywu Ob , gdzie dostrzega się dwa obrazy S_0 i S_1 szczeliny S (fig. 9). Dokładne ustawienie pryzmatu dwójłomnego odpowiadające maksymalnemu wygaszeniu I-ej połówki pola widzenia uzyskuje się wtedy, gdy przez środek obrazu S_0 biegnie ciemny prążek interferencyjny (fig. 9 — prawa) a maksymalnemu wygaszeniu II-ej połówki pola widzenia — gdy ciemny prążek biegnie przez środek obrazu S_1 (fig. 9 — lewa). Ustawienie tego prążka dokładnie w środku obrazów S_0 i S_1 jest nadzwyczaj czułe i gwarantuje ustawienie pryzmatu dwójłomnego z dokładnością rzędu kilku mikronów.

Drugi sposób pomiaru przesunięcia fazowego Δ polega na ustawieniu pryzmatu dwójłomnego w takim położeniu p , aby obydwie połówki pola widzenia były jednakowe jasne i tak samo zabarwione (fig. 10). Zostaje wtedy spełnione równanie:

$$\Delta = 2(p - p_0) \Delta_p. \quad (5)$$

Sposób ten można stosować tylko wtedy, gdy mieści się w pierwszym rzędzie interferencyjnym. Aby warunek ten mógł być spełniony dlażądanego zakresu mierniczego, dobiera się odpowiednio kąt α uskoku lub współczynnik załamania N płytki refraktometrycznej.

Jeśli na przykład $\varphi = 45^\circ$, $\alpha = 45^\circ$, $N \approx 1,5$, a powiększenie obiektywu jest $10\times$, to zmianie współczynnika załamania n o $0,0001$ odpowiada przesunięcie pryzmatu dwójłomnego o $0,01$ mm. W tych samych warunkach przedział mierniczy współczynnika załamania od $1,3$ do $1,7$ wymaga około 15 milimetrowego przesuwu pryzmatu dwójłomnego, podczas gdy przy znanych dotychczas refraktometrach wymagał przesunięcia 50 cm (dla grubości płytki 1 mm) refraktometru laboratoryjnego według wynalazku.

Fig. 11 przedstawia schemat przykładowy układu optycznego refraktometru laboratoryjnego według wynalazku. Składa się on również z kondensatora K z przysłoną szczelinową S , z podobnej płytki refraktometrycznej R z obiektywu Ob o powiększeniu $2\times$ do $5\times$, z polaryzatora P i analizatora A , pryzmatu dwójłomnego W , płytki mikrometrycznej M połączonej z pryzmatem W , mikroskopu pomocniczego Mp do odczytywania podziałki tej płytki, okulara Ok do obserwacji obrazu interferencyjnego oraz z pomocniczej soczewki L , która po włączeniu w bieg promieni świetlnych refraktometru stanowi wraz z okulem Ok pomocniczy mikroskop do obserwacji źrenicy wyjściowej obiektywu i umożliwia nastawienie ciemnego prążka interferencyjnego na środek obrazów szczeliny. Podziałka płytki mikrometrycznej oświetlana jest światłem dziennym odbijającym się od zwierciadła umieszczonego pod płytką M . Jako źródło światła może przy tym służyć zwykła niskowoltowa żarówka $\bar{Z}$, której włókno odwzorowuje się za pomocą kolektora U na szczelinie S .

Pomiar współczynnika załamania za pomocą opisanego wyżej refraktometru laboratoryjnego można przeprowadzać zarówno w świetle białym jak i monochromatycznym uzyskiwanym przy użyciu odpowiednich filtrów interferencyjnych I , przy czym przebieg pomiaru jest taki sam jak poprzednio opisany.

Fig. 12 przedstawia przykładowy schemat refraktometru według wynalazku z urządzeniem fotoelektrycznym, umożliwiającym ustawienie pryzmatu dwójłomnego w położenie odpowiadające maksymalnemu zaciemnieniu połówek pola widzenia.

Refraktometr ten tym różni się od uprzednio opisanego, że zamiast układu optycznego i pomiarowego Mp , Ok i L (fig. 11) jest zaopatrzony w soczewkę D (fig. 12) rzutującą obraz interferencyjny na fotokomórkę F na przykład fotoogniwo, fotomnożnik lub inny fotoodbiornik, a ponadto posiada umieszczony między tą soczewką i fotokomórką — ekran E z otworem zatrzymującym światło pochodzące od części płytki refraktometrycznej z obszaru poza uskokiem, a przepuszczającym światło obrazu uskoku. Fotokomórka F jest połączona za pośrednictwem wzmacniacza Ws z galwanometrem G . Refraktometr według fig. 12 jest również wyposażony w urządzenie projekcyjne Pr rzutujące skalę płytki mikrometrycznej M na ekran Ek . Sposób działania tego refraktometru opisano poniżej. Soczewka D rzutuje obraz interferencyjny na fotokomórkę F , jednak znajdujący się przed fotokomórką ekran E z otworem zatrzymuje światło odpowiadające części płytki refraktometrycznej poza obszarem uskoku, a przepuszcza tylko światło obrazu uskoku. Natężenie tego światła jest tym większe im większa jest różnica współczynników załamania $N - n$. Prąd fotoelektryczny wzmacniany przez wzmacniacz W przekazywany jest na galwanometr G lub miliamperomierz. Przesuwając pryzmat W za pomocą gałki B nastawia się go na minimalne wychylenie galwanometru i odczytuje na skali płytki mikrometrycznej M położenie p_1 pryzmatu W . Dla wygodniejszego odczytu podziałka płytki M wycechowana w wartościach współczynnika załamania jest rzutowana na ekran ze wskaźnikiem. Zerowe położenie p_0 pryzmatu W sprawdza się nastawiając otwór ekranu E na drugą połówkę pola widzenia.

Fig. 13 przedstawia schemat refraktometru interferencyjnego według wynalazku przeznaczonego do rejestracji współczynnika załamania przepływającej cieczy, a także do samoczynnej regulacji procesów chemicznych lub fizyko-chemicznych, które mają wpływ na wartość tego współczynnika. Płytką refraktometryczną R tego refraktometru stanowi naczynko z uskokiem, przez które przepływa badana ciecz, natomiast jego część optyczna nie różni się od poprzednio opisaniej. Część fotoelektryczna refraktometru składa się z dwóch identycznych fotoodbiorników $F1$ i $F2$, układu mostkowo-kompensacyjnego UK , wzmacniacza W oraz mechanizmu elektromagnetycznego ME lub innego służącego do przesuwania pryzmatu dwójłomnego W .

Pomiar współczynnika załamania tym refraktometrem odbywa się na zasadzie zrównywania jasności obu połówek obrazu interferencyjnego (fig. 10). Światło pochodzące od tych połówek jest rozdzielane przez pryzmat odbijający PZ i kierowane na fotoodbiorniki F_1 i F_2 . Jeżeli nastąpi spadek współczynnika załamania przepływającej cieczy, to jeden odbiornik otrzymuje więcej światła, a drugi mniej. Wskutek zachwiania równowagi układu fotoelektrycznego przez cewkę ME popłynie prąd, a wytworzone pole magnetyczne spowoduje przesunięcie pryzmatu dwójłomnego w takie położenie, w którym wystąpi ponownie równowaga w układzie. Jeżeli natomiast współczynnik załamania cieczy wzrośnie, prąd w cewce układu ME popłynie w przeciwnym kierunku przesuwając również pryzmat W w kierunku przeciwnym. Połączenie pryzmatu dwójłomnego z mechanizmem rejestrującym MR umożliwia ciągłą rejestrację przesunięć pryzmatu i odpowiadających im zmian współczynnika załamania przepływającej cieczy. Przesunięcia te mogą być również wykorzystane do sterowania regulacji przebiegu procesu mającego wpływ na zmiany współczynnika załamania.

Wszystkie opisane wyżej odmiany refraktometru według wynalazku mogą posiadać zamiast pryzmatu Wollastona inne elementy dwójłomne, na przykład pryzmat Nomarskiego, Rochona, kompensator Babinet'a, Soleila albo też płytkę Savarta. W tym ostatnim przypadku pomiar przesunięcia fazowego Δ odbywa się przez obrót płytki, co stwarza dalsze możliwości rozwiązania części elektrodynamicznej i rejestrującej refraktometru.

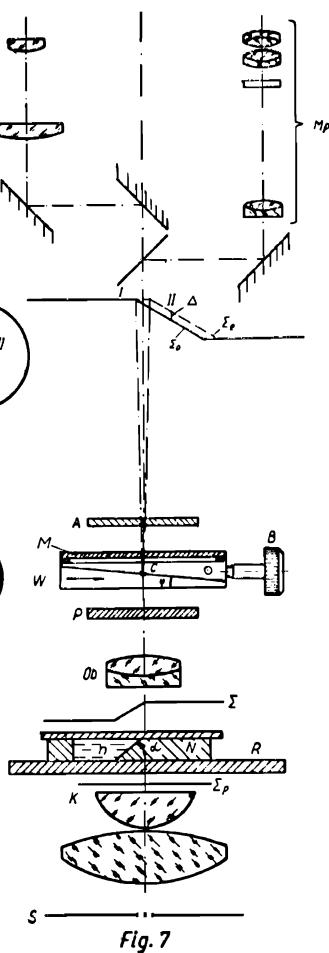
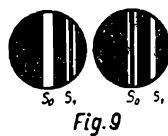
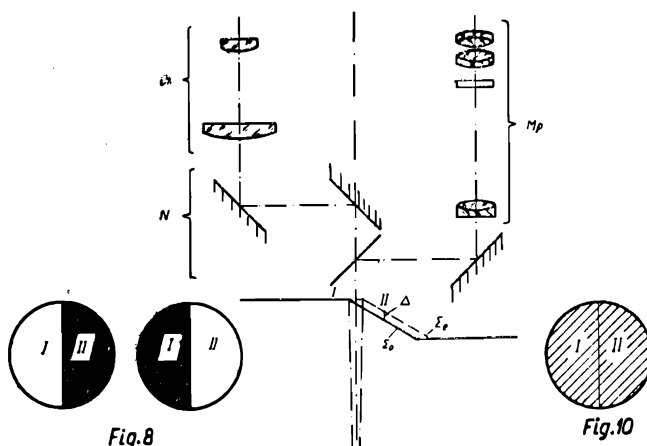
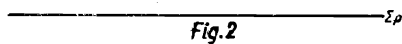
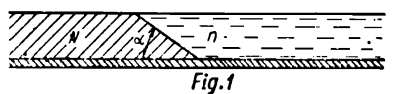
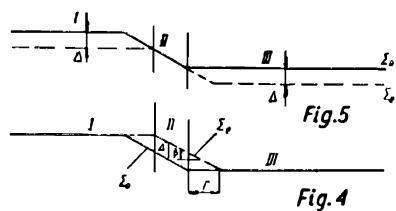
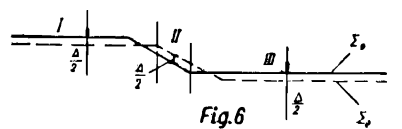
Zastrzeżenia patentowe

1. Refraktometr interferencyjny do pomiaru, rejestracji i regulacji współczynnika załamania cieczy wyposażony w pryzmat dwójłomny lub inny element rozdzielający światło, znamienny tym, że jego element refraktometryczny (R) wykonany z ośrodka wzorcowego jest zaopatrzony w ukośny uskoku, z którym graniczy substancja badana, przy czym pomiar współczynnika załamania tej substancji dokonuje się przez pomiar różnicy

drogi optycznej (przesunięcia fazowego) fali świetlnej na tym uskoku za pomocą wygaszania lub zrównywania jasności pół obrazu interferencyjnego, pochodzącego od elementu i obszaru sąsiadującego z nim przez przesunięcie elementu dwójłomnego (W).

2. Refraktometr według zastrz. 1, znamienny tym, że jest wyposażony w mikroskop pomocniczy (Mp), służący do odczytu przesunięcia elementu dwójłomnego (W).
3. Refraktometr według zastrz. 1, znamienny tym, że jest zaopatrzony w układ optyczny, złożony z okularu (Ok) i soczewki (L) (fig. 11), która po włączeniu w bieg promieni świetlnych refraktometru umożliwia obserwację źrenicy wyjściowej obiektywu i nastawiania ciemnego prążka interferencyjnego na obrazie szczeliny (S), oświetlonej żarówką (Z).
4. Refraktometr według zastrz. 1 i 3, znamienny tym, że jest wyposażony w urządzenie fotoelektryczne służące do pomiaru natężenia światła obrazu interferencyjnego uskoku, które złożone jest z fotoodbiornika (F) (fig. 12), soczewki (D) rzutującej na ten odbiornik (F) obraz interferencyjny oraz z ekranu (E) zaopatrzonego w otwór przepuszczający wyłącznie obraz uskoku.
5. Refraktometr według zastrz. 1, 3 i 4, znamienny tym, że jego część fotoelektryczna złożona jest z dwóch fotoodbiorników (F_1 i F_2) (fig. 13), połączonych za pośrednictwem układu mostkowo-kompensacyjnego (UK) i wzmacniacza (W) z mechanizmem elektromagnetycznym (ME) służącym do przesuwania elementu dwójłomnego (W) połączonego z mechanizmem rejestrującym (MR) lub sterującym przebiegiem procesu mającego wpływ na zmiany współczynnika załamania substancji przepływającej w sposób ciągły przez element refraktometryczny (R) z uskoku.

Centralne Laboratorium
Aparatów Pomiarowych i Optyki
Zastępca: inż. Zbigniew Kamiński
rzecznik patentowy



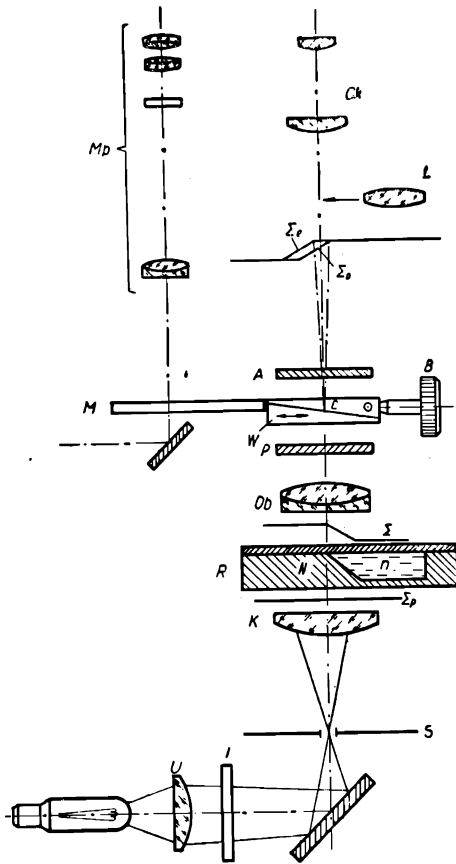


Fig. 11

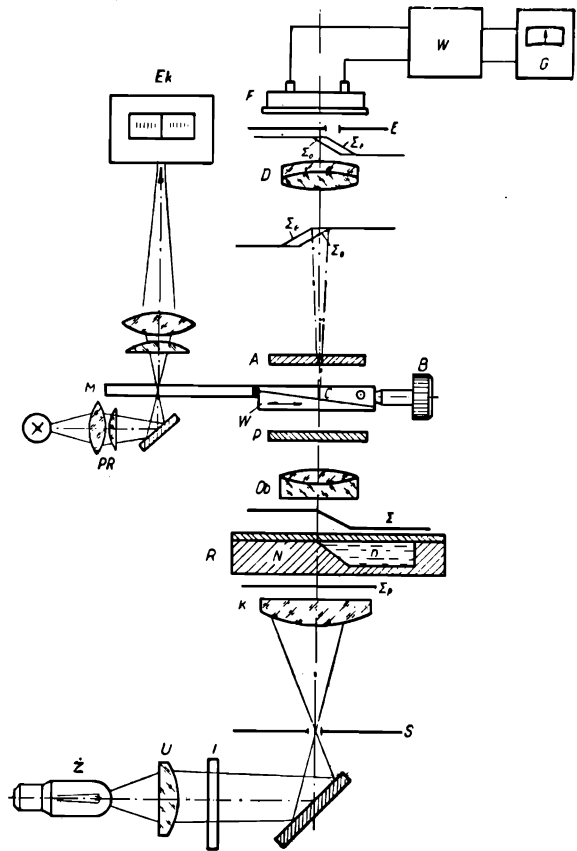


Fig. 12

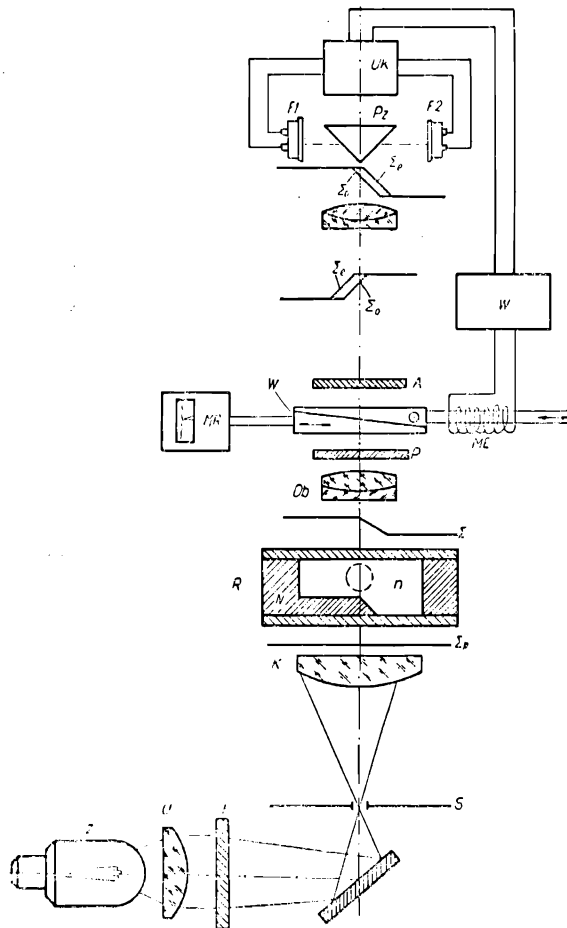


Fig. 13

