

СТАТЬЯ

УДК 681.785.2

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗРАБОТАННОГО
АВТОМАТИЗИРОВАННОГО РЕФРАКТОМЕТРА
ДЛЯ КОНТРОЛЯ ХИМИЧЕСКИ АГРЕССИВНЫХ СРЕД**

**¹Громов О.В., ¹Майоров Е.Е., ¹Таюрская И.С., ²Машек А.Ч.,
²Цыганкова Г.А., ³Удахина С.В.**

¹*АНО ВО «Университет при Межпарламентской Ассамблее ЕврАзЭС»,
Санкт-Петербург, e-mail: majorov_ee@mail.ru;*

²*Военно-морской политехнический институт, Пушкин, e-mail: mashek50@mail.ru;*

³*Санкт-Петербургский государственный университет аэрокосмического приборостроения,
Санкт-Петербург, e-mail: udahina@mail.ru*

В настоящей работе представлен разработанный автоматизированный рефрактометр для контроля химически агрессивных сред. Показана актуальность работы, так как оптический контроль диоксида серы и триоксида серы важен, потому что эти газы влияют на экологическую обстановку и наносят вред здоровью человека. Использование рефрактометра требует количественной информации по показателю преломления (n), температурному коэффициенту (dn/dt) в измеряемом диапазоне. Применение автоматизированного рефрактометра общего назначения может оказаться непригодным, так как процедура адаптации этих датчиков должна осуществляться в конкретных средах. Представляет интерес исследование метрологических возможностей разработанного рефрактометра применительно к контролю представленных газов. Приведена структурно-функциональная схема и внешний вид разработанного датчика. Определено, в каком диапазоне показателей преломления для малой и большой концентраций будет работать автоматизированный рефрактометр. В работе даны основные технические характеристики рефрактометра. К исследованиям прилагалось программное обеспечение, которое регистрировало единичные всплески сигналов от диффузно отражающей газообразной среды, давало возможность иллюстрировать в различном графическом исполнении данные о газообразных объектах, а также выводить необходимую информацию на дисплей. Проведено исследование автоматизированного рефрактометра и получена результирующая погрешность, которая не превышала $\Delta n \leq 0,0005$.

Ключевые слова: химически агрессивная среда, рефрактометр, диапазон, показатель преломления, концентрация газов, сходимость данных

**EXPERIMENTAL STUDY OF THE DEVELOPED AUTOMATED REFRACTOMETER
FOR THE CONTROL OF CHEMICALLY AGGRESSIVE MEDIA**

**¹Gromov V.O., ¹Mayorov E.E., ¹Tayurskaya I.S., ²Mashek A.Ch.,
²Tsygankova G.A., ³Udakhina S.V.**

¹*University at the inter-parliamentary Assembly of EurAsEC,
Saint-Petersburg, e-mail: majorov_ee@mail.ru;*

²*Naval Polytechnical Institute, Pushkin, e-mail: mashek50@mail.ru;*

³*Saint-Petersburg State University of Aerospace Instrumentation (GUAP),
Saint-Petersburg, e-mail: udahina@mail.ru*

This paper a developed automated refractometer for the control of chemically aggressive media is presented. The relevance of the work is shown, since the optical control of sulfur dioxide and sulfur trioxide is important, because these gases affect the environmental situation and harm human health. The use of a refractometer requires quantitative information on the refractive index (n), temperature coefficient (dn/dt) in the measured range. The use of an automated general-purpose refractometer may not be suitable, since the procedure for adapting these sensors must be carried out in specific environments. It is of interest to study the metrological capabilities of the developed refractometer in relation to the control of the presented gases. The structural and functional scheme and appearance of the developed sensor are given. It is determined in which range of refractive indices for small and large concentrations the automated refractometer will work. The paper the main technical characteristics of the refractometer are presented. During the research, software was attached that recorded single bursts of signals from a diffusely reflecting gaseous medium, made it possible to illustrate data about gaseous objects in various graphical versions, as well as to display the necessary information on the display. The refractometer was calibrated and the resulting error was obtained, which did not exceed $\Delta n \leq 0.0005$.

Keywords: chemically aggressive medium, refractometer, range, refractive index, gas concentration, data convergence

В настоящее время огромное внимание уделяют контролю диоксида серы (SO_2) и триоксида серы (SO_3), так как данные вещества, находясь в воздухе в различных концентрациях, ухудшают не только экологическую обстановку, но и наносят вред здоровью человека. Эти вещества являются индикаторами для тепловых электрических

станций (ТЭС). К перспективным ТЭС относят такие станции, которые не выбрасывают в атмосферу эти газы (SO_2 и SO_3). А это означает, что станции имеют необходимое газоочистное оборудование, которое обеспечивает производство экологически чистой энергией [1, 2].

Измерение концентрации SO_2 и SO_3 возможно посредством применения современных рефрактометров, оснащенных новейшими оптическими призмами, сделанными из лейкосапфира [3, 4]. Это означает, что автоматизированные рефрактометры (АР) могут эффективно обеспечить контроль концентрации газов и исключить выброс газов в атмосферу.

Использование АР требует количественной информации по показателю преломления (n), температурному коэффициенту (dn/dt) в измеряемом диапазоне [5, 6].

АР общего назначения могут оказаться непригодными, так как процедура адаптации этих датчиков должна осуществляться в конкретных средах [7, 8].

Цель работы – провести исследование метрологических возможностей разработанного АР применительно к контролю представленных газов.

Материалы и методы исследования

АР вызывают огромный интерес для измерения остатков газообразных продуктов (диоксида серы и триоксида серы) в энергетике. АР, работающие непосредственно с газами, дают информацию об их концентрации (k) в ограниченном объеме. При этом АР должен поддерживать свои параметры достаточно длительно и сохранять работоспособность при измерении концентрации газов.

Практически все АР имеют один и тот же алгоритм работы. Свет от источника движется в направлении к одной из граней призмы. Преломляясь, оказывается на поверхности той грани, которая взаимодействует с газообразной средой. Пучок света, оказавшийся на поверхности при угле превышающем критический, на регистрирующем устройстве образует светлое поле, а меньше – темное поле [5, 9]. Как правило, в АР применяют две схемы (рис. 1).

Из литературных источников по физической оптике известно, что n лейкосапфира и измеряемой газообразной среды на регистрирующем устройстве формируют границу между светлым и темным полем. Смещение границы зависит от длины волны (λ) светового пучка и температуры (t) исследуемых объектов. При постоянстве n , λ и t можно вести регистрацию n и k газов.

В настоящее время различные АР для контроля газообразных веществ имеют практически одинаковые технико-эксплуатационные характеристики. Как правило, они удовлетворяют требованиям производственного контроля, просты в эксплуатации.

Разработанный АР для измерения диоксида и триоксида серы представлен на рис. 2, а его схема дана на рис. 3. Представленный оптико-электронный прибор имеет существенное отличие в типе используемого оптического элемента (призма).

АР в силу специализированных условий применений приобрел от предшественников увеличенную длину зондирующего элемента (до 500 мм) для динамических измерений. В АР была предусмотрена функциональная возможность очистки зондирующего оптического элемента.

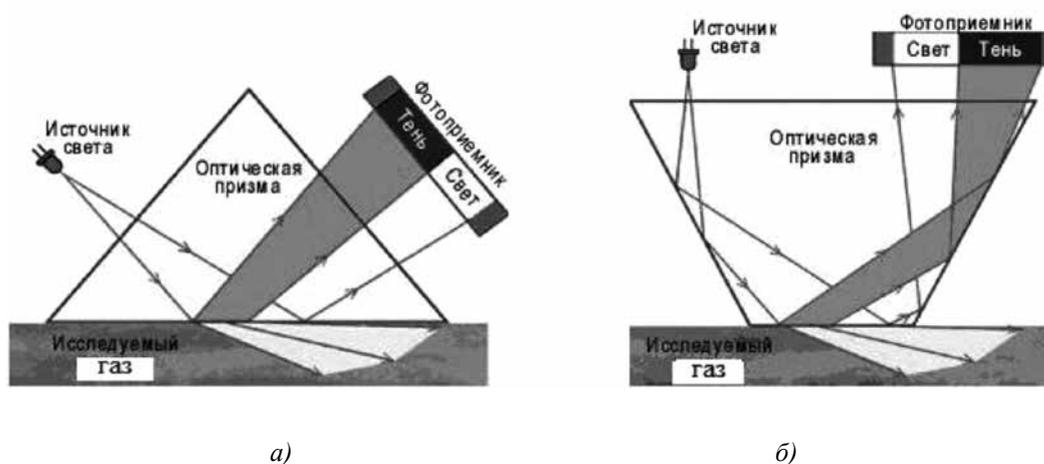


Рис. 1. Схемы применения призмы: а) треугольная, б) трапециевидная



Рис. 2. Внешний вид АР

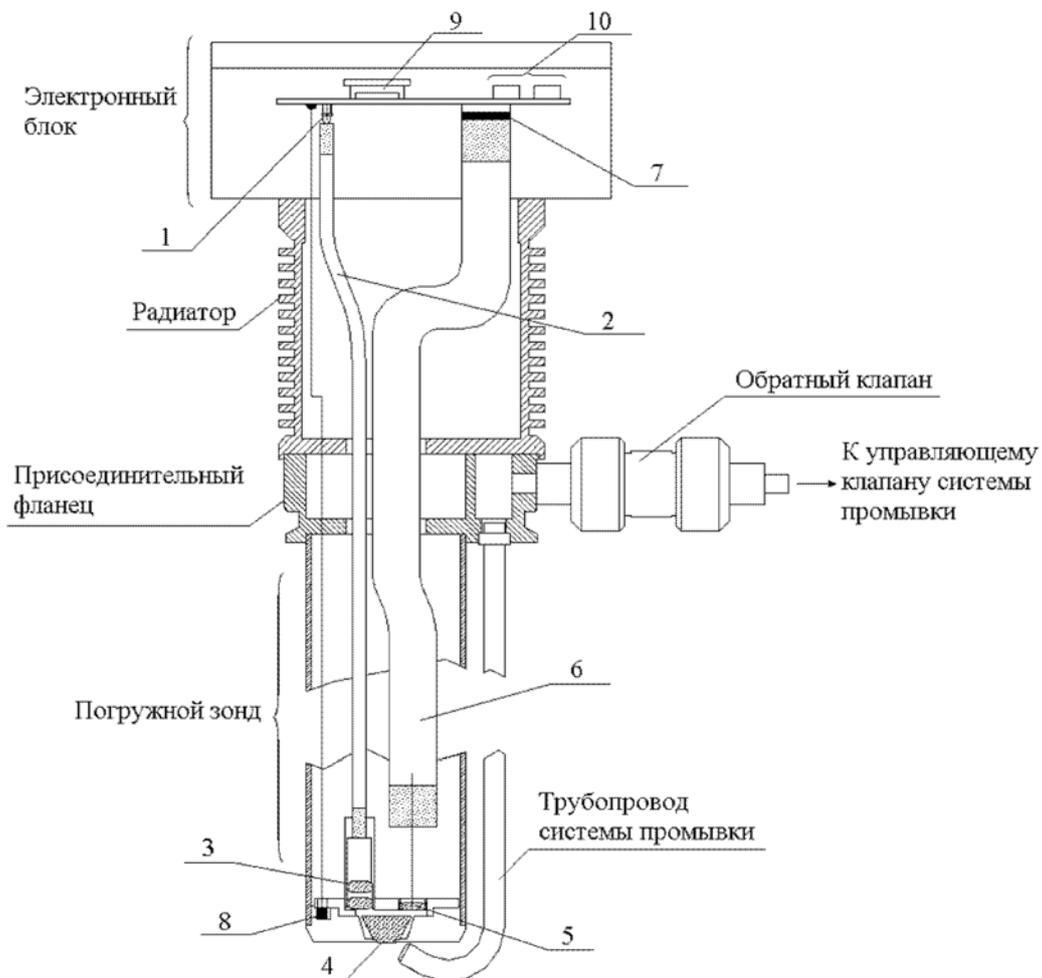


Рис. 3. Структурно-функциональная схема АР с резервной системой водяной очистки:
 1 – излучатель, 2 – волоконный зонд, 3 – линзы, 4 – призма, 5 – объектив, 6 – оптический жгут,
 7 – фотоэлектронный умножитель, 8 – измеритель температуры, 9 – аккумуляторный блок,
 10 – вход для подключения персонального компьютера

Итак, в таблице приведены технические характеристики прибора.

Технические характеристики АР

Марка	АР
Рабочий диапазон концентраций в n	1,320–1,435 или 1,400–1,540
Погрешность измерений Δn	$\pm 0,0005$
Тип температурной компенсации измерений	автоматическая
Диапазон изменения температуры контролируемой среды	0–140°C или 0–250°C
Погрешность определения t °C	$\pm 0,5$ °C
Время ожидания после включения (для выхода на рабочий режим)	10 мин
Масса, не более	8,2 кг
Габаритные размеры	450 мм× ×180 мм×180 мм
Питание прибора	220 В, 50 Гц

Результаты исследования и их обсуждение

Регистрация n осуществлялась рефрактометром, работающим на $\lambda = 589$ нм и разработанном АР ($\lambda = 633$ нм). Погрешность измерений для рефрактометра, работающего на $\lambda = 589$ нм, и разработанного АР

($\lambda = 633$ нм) была не хуже $\Delta n \leq 0,0005$. Экспериментальные результаты даны на рис. 4.

Сведения полученных результатов для представленных оптико-электронных приборов соответствовали погрешности измерений. Дисперсионных эффектов $n(\lambda)$ не было. И $k(n)$ (рис. 4) математически выглядит следующим образом:

$$k = 1591,7 \cdot n^3 - 7355,4 \cdot n^2 + 11631 \cdot n - 6204,5. \quad (1)$$

Расчет (1) и эксперимент (рис. 4), погрешность измерений $\Delta k \leq 0,1\%$.

К АР прилагалось программное обеспечение (ПО), которое регистрировало единичные всплески сигналов от диффузно отражающей газообразной среды, давало возможность иллюстрировать в различном графическом исполнении данные о газообразных объектах, а также выводить необходимую информацию на дисплей. ПО позволяло информировать о шкале n по нормированному параметру [9]:

$$S = \left(\sum_{i=1}^{256} S_i \right) / S_{\max},$$

где S_{\max} – максимальная освещенность.

Измеряли 5 образцов и получили зависимости $S = f(i)$ и $n = f(S)$ соответственно (рис. 5, а и б).

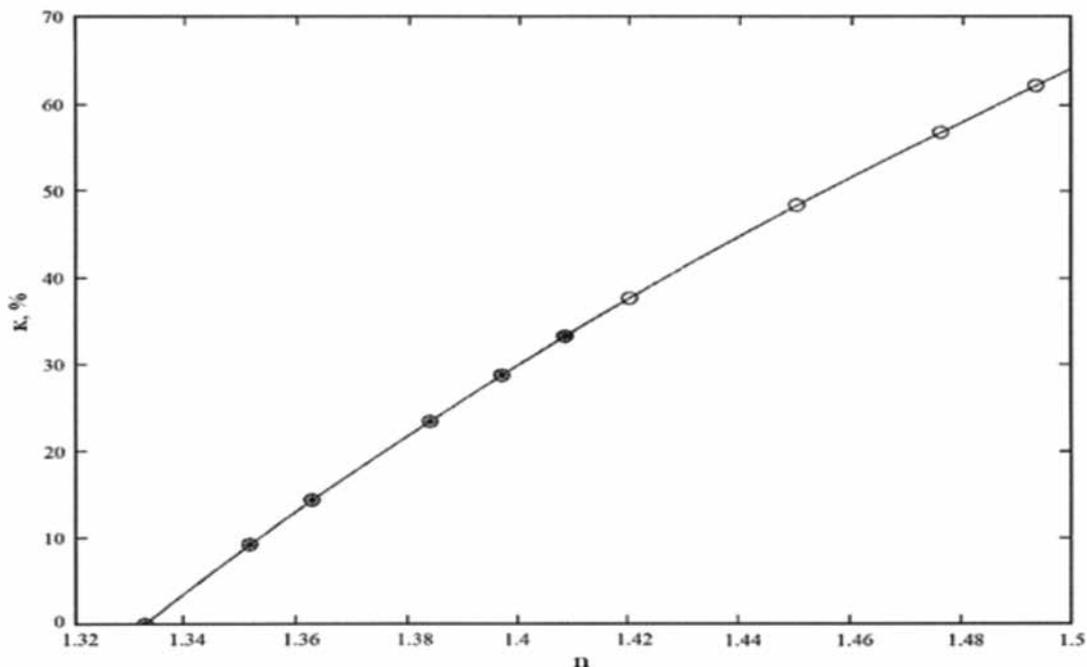
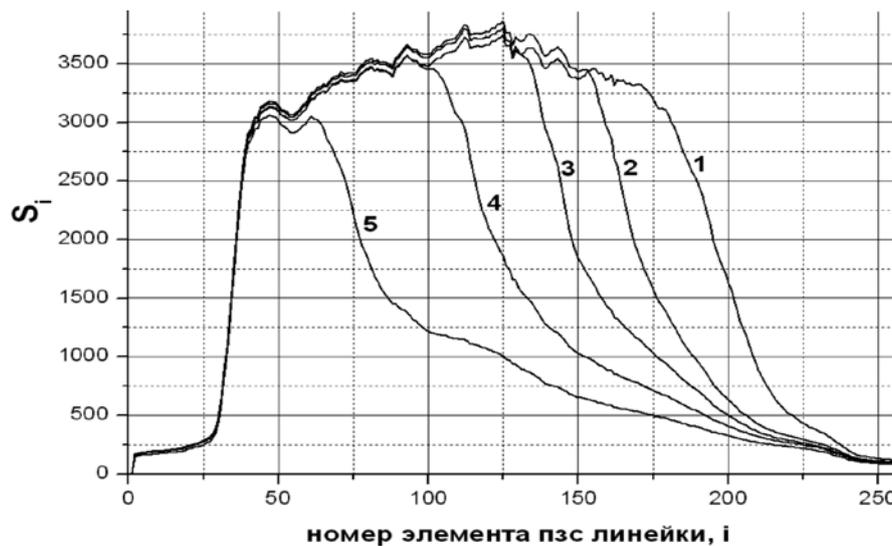
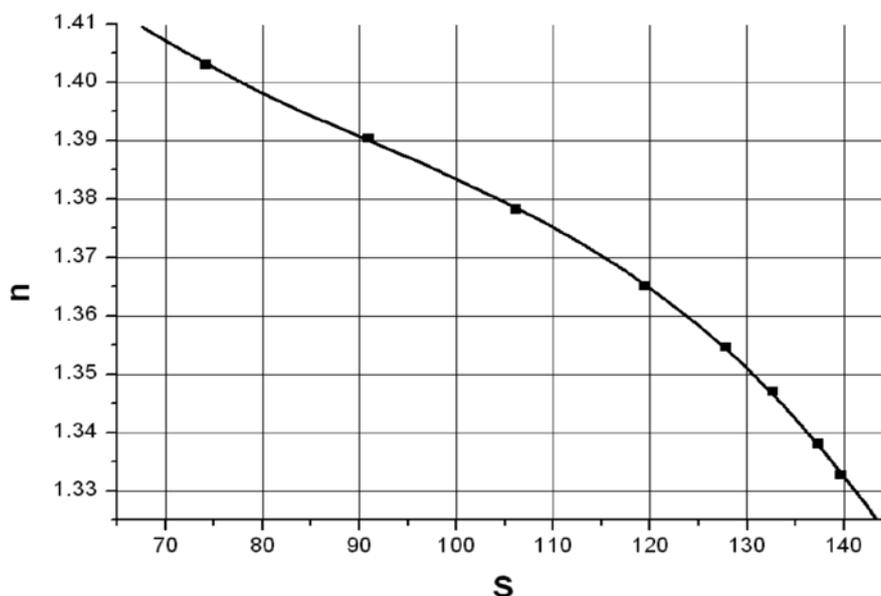


Рис. 4. Результаты эксперимента: * – АР, о – рефрактометр, работающий на $\lambda = 589$ нм, линия – расчет (1)



a)



б)

Рис. 5. Экспериментальные данные: а) для образцов с показателем преломления $n = 1,3330$ (1), $1,3470$ (2), $1,3651$ (3), $1,3904$ (4), $1,4030$ (5); б): * – эксперимент; линия – расчет

Сведение по n составило $\Delta n = \pm 0,0003$ (рис. 5 (б)) в лаборатории, в конкретных условиях $\Delta n = \pm 0,0015$.

Заключение

В работе приведен автоматизированный рефрактометр для контроля диоксида и триоксида серы. Даны его технико-эксплуатационные характеристики. Получены измерения показателя преломления n ,

где погрешность измерений была не хуже $\Delta n \leq 0,0005$. Сходимость рассчитанных по формуле и экспериментальных данных была не хуже $\Delta k \leq 0,1\%$.

Список литературы

1. Тихонов Е.А., Ивашкин В.А., Лямец А.К. Рефрактометрия по отражению света при квазинормальном падении и под углом Брюстера // ЖПС 2012. Т. 79. № 1. С. 160–167.
2. Суровяткина Е.В., Жаворонок Е.С., Чалых А.Е., Щербина А.А., Стоянов О.В. Рефрактометрия новолачных

фенолоформальдегидных олигомеров // Вестник технологического университета. 2015. Т. 18. № 16. С. 51–57.

3. Артемьев В.В., Белов Н.П., Лапшов С.Н., Однороченко П.В., Смирнов А.В., Шестобитова А.С., Яськов А.Д. Контроль оптических свойств карбамида с применением промышленной рефрактометрии // Известия вузов. Приборостроение. 2015. Т. 58. № 6. С. 473–477.

4. Майоров Е.Е., Машек А.Ч., Прокопенко В.Т., Хайдаров Г.Г. Рефрактометрические технологии и их применение для контроля диффузно отражающих объектов в производственном цикле // Вестник Санкт-Петербургского университета. Сер. 4. Физика, химия. 2013. Вып. 4. С. 24–31.

5. Belov N.P., Lapshov S.N., Sherstobitova A.S., Yaskov A.D., Mayorov E.E. Optical properties of green liquors and the use of commercial refractometry to monitor or their composition in the production of sulfate cellulose. *Journal of Optical Technology*. 2014. Vol. 81. No. 1. P. 39–43. DOI: 10.1364/JOT.81.000039.

6. Омаров М.Н., Блядзе В.Г., Коваленко Д.Н., Волокитин З.В. Адаптация рефрактометрического метода определения сухих веществ по шкале Брикса для контроля процессов переработки молочной сыворотки // Техника и технология пищевых производств. 2013. № 4. С. 64–68.

7. Плотникова Л.В., Нечипоренко А.П., Нечипоренко У.Ю., Мельникова М.И. Оптические свойства липидов животного и растительного происхождения // Актуальные вопросы биологической физики и химии. 2018. Т. 3. № 1. С. 110–114.

8. Валидация аналитических методик: пер. с англ. яз. 2-го изд. под ред. Г.Р. Нижеховского. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях: пер. с англ. яз. 2-го изд. под ред. Р.Л. Кадиса. Руководства для лабораторий. СПб.: ЦОП «Профессия», 2016. 312 с.

9. Конопелько Л.А., Шур В.Л., Пинчук О.А., Колобова А.В., Кузьмин Б.П., Красавцев М.В. Рефрактометрические методы в физико-химических измерениях. М.: Триумф, 2020. 208 с.