

ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ИСПЫТАНИЯ РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКОГО ПРИБОРА ДЛЯ КОНТРОЛЯ ЖИДКОФАЗНЫХ СРЕД

В. Т. ПРОКОПЕНКО¹, Е. Е. МАЙОРОВ², А. Л. ФЕДОРОВ³, Г. А. ЦЫГАНКОВА³,
Т. В. ЖАРКОВА⁴, А. В. ДАГАЕВ²

¹Университет ИТМО, 197101, Санкт-Петербург, Россия

²Санкт-Петербургский университет технологий управления и экономики,
190103, Санкт-Петербург, Россия
E-mail: majorov_ee@mail.ru

³Военно-морской политехнический институт, 196604, Санкт-Петербург, Пушкин, Россия

⁴Михайловская военная артиллерийская академия, 195009, Санкт-Петербург, Россия

Представлены результаты производственных испытаний рефрактометрического прибора, предназначенного для измерения параметров жидкофазных сред, в частности пищевых продуктов. Разработанный прибор удовлетворяет требованиям производственного контроля и превосходит зарубежные аналоги по технико-эксплуатационным характеристикам. Рассмотрена структурно-функциональная схема прибора и приведены его технико-эксплуатационные параметры. Представлены результаты измерений концентрации сухого остатка жидкофазной среды по шкале Брикса рефрактометра в сравнении с показаниями заводской лаборатории, установлено, что сходимость результатов не хуже $\pm 0,3\%$.

Ключевые слова: рефрактометр, лейкосапфир, показатель преломления, реперная точка, сухой остаток

В настоящее время рефрактометрические системы, приборы и датчики широко используются в различных областях науки и техники, например, таких как химия и химические производства, целлюлозно-бумажная промышленность, пищевые технологии и производства, экология, медицина и биология.

Рефрактометрические приборы, базирующиеся на методе полного внутреннего отражения и устанавливаемые внутри технологических емкостей или на трубопроводы, позволяют обеспечить непрерывный контроль состояния жидкофазной среды, включая определение состава раствора в условиях реального производства, его расхода и других параметров. Оптико-электронные рефрактометрические приборы для мониторинга и контроля химических, пищевых производств достаточно широко распространены в зарубежной практике [1, 2]. Помимо высокой стоимости этих приборов, часто недоступной отечественным потребителям, требуется их адаптация к каждому конкретному производству („решение задачи“ пользователя). Это, в свою очередь, приводит к необходимости переналадки и перенастройки датчика, разработки специального программного обеспечения для системы сбора и обработки данных и т. д. Кроме того, предлагаемые на внешнем рынке промышленные рефрактометры, вследствие их универсальности, имеют завышенные массогабаритные параметры. Как правило,

в состав таких рефрактометров входят погружной зонд с оптической системой полного внутреннего отражения и отдельно расположенный электронный блок сбора и обработки данных.

В 2015 г. на кафедре твердотельной электроники (ныне — кафедра световых технологий и оптоэлектроники) Университета ИТМО разработан рефрактометр, не уступающий зарубежным аналогам и даже превосходящий их по некоторым технико-эксплуатационным характеристикам и удовлетворяющий по стоимости отечественному рынку. Результаты производственных испытаний этого рефрактометра представлены в настоящей статье.

Структурно-функциональная схема рефрактометра для контроля жидкофазных сред на пищевом производстве представлена на рис. 1, где 1 — светодиод, 2 — осветительный волоконно-оптический жгут, 3 — рабочая призма полного внутреннего отражения, 4 — объектив, 5 — фотодетектор (ПЗС-линейка), 6 — термодатчик.

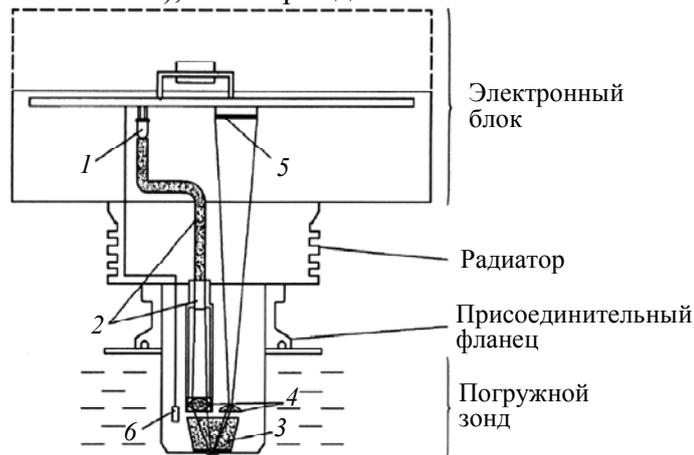


Рис. 1

Излучение от светодиода 1 на длинах волн 589 и 633 нм направляется через волоконно-оптический осветительный жгут 2 на входную грань изготовленной из лейкосапфира оптической призмы 3. Свет, отраженный от границы раздела „исследуемый раствор — рабочая грань призмы“, передается объективом 4 на фотодетектор 5, установленный в фокальной плоскости объектива, где формируется граница „свет — тень“. Сигналы фотодетектора обрабатываются и выводятся на дисплей и электронный выход 4—20 мА [3]. В составе прибора используется также термодатчик 6 для температурной коррекции данных рефрактометрических измерений. Сигналы термодатчика выводятся также на дисплей прибора и второй выход (4—20 мА). Погружная арматура датчика (собственно зонд и уплотнительный фланец) изготовлена из нержавеющей сплава 12×18Н10Т.

Элементы оптической системы рефрактометра (призма, волоконно-оптический жгут и объектив) устанавливаются непосредственно в рефрактометрической головке, диаметр погружной части которой составляет 44 мм, а высота 28 мм. Внешняя торцевая плоскость рефрактометрической головки представляет собой жесткую тарельчатую пружину, что обеспечивает достаточную термомеханическую устойчивость. Использование гибких волоконно-оптических жгутов и линзовых оптических элементов практически полностью исключает возможное влияние термомеханических деформаций корпусной (в том числе, погружной) арматуры на показания рефрактометра [4—6]. Для установки рефрактометрического датчика на технологических трубопроводах использовался соединительный фланец типа TRICLAMO с условным проходом ДУ-65.

По сравнению с доступными погружными аналогами данный прибор имеет, по мнению авторов, существенное конструктивное преимущество, состоящее в том, что разработанный прибор представляет собой моноблок, совмещающий погружной зонд и оптоэлектронную систему сбора, обработки и вывода данных измерений, в отличие от зарубежных аналогов, в которых, как правило, эти устройства расположены раздельно. Такая моноблочная схема

позволяет не только упростить (и удешевить) конструктив в целом, но и оптимизировать программное обеспечение (в частности, за счет исключения обмена данными между двумя раздельными устройствами) [7, 8].

Технико-эксплуатационные параметры базовой модели рефрактометрического прибора представлены ниже.

Рабочий диапазон по показателю преломления жидкофазной среды	1,320—1,540
Рабочие пределы измерения концентрации (k) для жидкофазных сред, %	0—100
Диапазон измерения концентрации (Δk) в рабочих пределах, %	100
Погрешность измерения показателя преломления	$\pm 0,0005$
Погрешность измерения концентрации (k), %	$\pm 1,0$
Температурная компенсация показаний рефрактометра	Автоматическая
Допустимые пределы изменения рабочей температуры (при использовании терморезистора), ... °C	0—140 или 0—250
Погрешность измерения температуры жидкофазной среды, ... °C, не хуже	$\pm 1,0$
Время выхода на рабочий режим после включения, мин	20
Период обновления данных (устанавливается программно), с	0,1—3,0
Масса изделия, кг	8,5
Габаритные размеры, мм	350×180×180
Рабочее напряжение, В	220
Частота, Гц	50

Производственные испытания разработанного рефрактометрического прибора проводились в „НИИ синтетического волокна“ (ВНИИСВ, Тверь). После возврата прибора из опытного производства вследствие значительной погрешности калибровки по шкале концентраций k , из-за недостоверности опубликованных рефрактометрических данных [9], была проведена перекалибровка этой шкалы и внесены также изменения в программное обеспечение прибора.

Перед повторной отправкой заказчику прибор был установлен на предварительные испытания в пищевом производстве АО „Мултон“ (Щелково, Московская обл.), изготавливающего соки известных марок, что позволило определить общую работоспособность прибора в диапазоне показателей преломления жидкофазной среды $n = 1,34...1,37$ при ее температуре $T \approx 20$ °C.

Пример монтажа разработанного рефрактометра на технологическом трубопроводе (АО „Мултон“) представлен на рис. 2.



Рис. 2

Результаты предварительных производственных испытаний по измерению концентрации сухого остатка жидкофазной среды по шкале Брикса ($B_{рх}$) рефрактометра ($B_{р}$) в сравнении с показаниями заводской лаборатории ($B_{л}$) сведены в табл. 1, 2 и приведены в виде графиков на рис. 3, 4 (в табл. 2 и на рис. 4 — зависимость концентрации от температуры среды).

В качестве образцов для производственных испытаний использовались различные соки марки „Добрый“:

образец 1 — персиковый нектар,

образец 2 — томатный сок,

образец 3 — яблочный сок,

образец 4 — виноградный нектар,

образец 5 — нектар „яблоко, черноплодка, вишня“,

образец 6 — нектар „яблоко, черника, малина“.

Таблица 1

Номер образца	Время t , ч	$B_{р}$, %	$B_{л}$, %	$\Delta B_x = B_{л} - B_{р}$, %
Образец 1	2	12,75	12,90	0,15
	6	12,44	12,70	0,26
	10	12,26	12,45	0,19
	14	12,85	13,10	0,25
	18	12,30	12,50	0,20
	22	12,20	12,60	0,40
	26	11,90	12,40	0,50
	30	12,40	12,60	0,20
	34	12,10	12,50	0,40
	38	12,60	13,00	0,40
	42	12,10	12,60	0,50
46	12,00	12,50	0,50	
Образец 2	2	5,25	6,10	0,85
	6	4,95	5,80	0,85
	10	4,70	5,50	0,80
	14	5,40	5,50	0,10
	18	4,75	5,70	0,95
	22	4,55	5,50	0,95
	26	4,93	5,70	0,77
	30	4,70	5,50	0,80
Образец 3	2	14,55	14,50	-0,05
	6	12,30	12,40	0,10
	10	11,45	11,55	0,10
	14	11,10	11,20	0,10
	18	11,95	11,86	-0,09
	22	11,50	11,40	-0,10
	26	11,50	11,30	-0,20
	30	8,95	8,98	0,03
	34	11,65	11,80	0,15
	38	9,80	10,10	0,30
42	11,05	11,20	0,15	
Образец 4	2	12,80	12,60	-0,20
	6	12,20	12,05	-0,15
	10	12,15	11,90	-0,25
	14	12,30	12,30	0,00
	18	11,95	11,90	-0,05
	22	12,80	13,08	0,28
	26	11,95	12,30	0,35
	30	11,60	11,90	0,30

Таблица 2

Номер образца	Температура T , °C	B_p , %	B_n , %	$\Delta B_x = B_n - B_p$, %
Образец 5	13	12,74	12,50	-0,24
	14	13,37	13,00	-0,37
	15	13,00	12,50	-0,50
	16	13,26	12,94	-0,32
Образец 6	11	12,47	12,10	-0,37
	12	12,73	12,36	-0,37
	13	12,33	12,00	-0,33
	14	12,85	12,48	-0,37

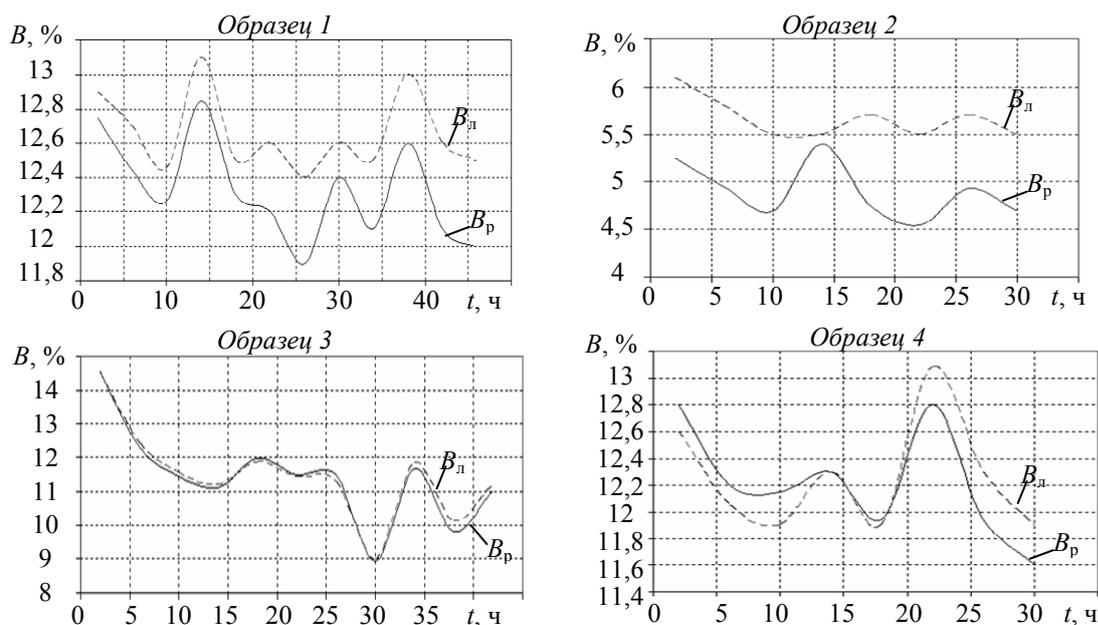


Рис. 3

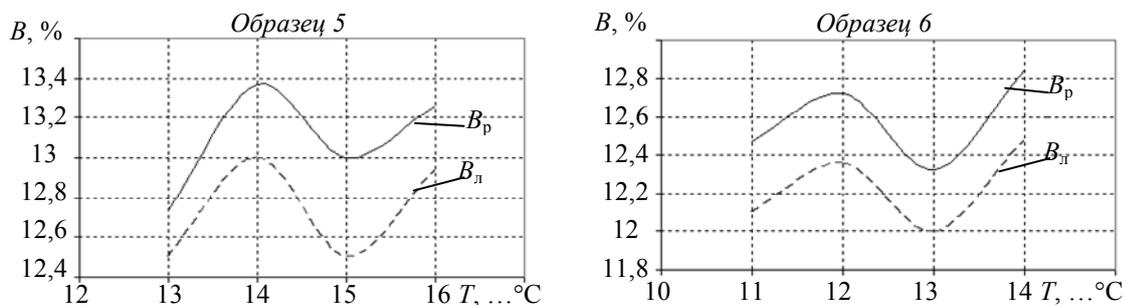


Рис. 4

Анализ таблиц и графиков показывает, что в контролируемых жидкофазных средах без существенного рассеяния света сходимость показаний по шкале Брикса рефрактометра и реперных данных (данных заводских лабораторий) не хуже $\Delta B_x = \pm 0,3$ %, что вполне удовлетворяет производственным требованиям. В средах, имеющих высокий уровень рассеяния света (образец 2), из-за большой концентрации растворенного сухого остатка сходимость доходила до $\Delta B_x = \pm 0,95$ %.

В целом же прибор удовлетворял нормативным требованиям данного производства. После предварительных испытаний рефрактометр был вторично передан заказчику (ВНИИСВ), где в настоящее время проводятся его промышленные испытания. Каких-либо претензий со стороны заказчика не предъявлено.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Karabegov M. A. Automatic differential prism refractometer for monitoring process liquids // Measurement Techniques. 2007. Vol. 50, iss. 6. P. 619—628.
2. Pengfei Wang, Semenova Yu., Qiang Wu, Jie Zheng, Farrell G. Temperature performance of a macrobending single-mode fiber-based refractometer // Applied Optics. 2010. Vol. 49, iss. 10. P. 1744—1749.
3. Акмаров К. А., Артемьев В. В., Белов Н. П., Лапиов С. Н., Майоров Е. Е., Патяев А. Ю., Смирнов А. В., Шерстобитова А. С., Шишова К. А., Яськов А. Д. Промышленные рефрактометры и их применение для контроля химических производств // Приборы: науч.-техн. журн. МНТО ПМ. 2012. № 4 (142). С. 1—8.
4. Майоров Е. Е. Исследование оптических свойств жидкофазных сред на основе гликолей // Научное обозрение. 2013. № 4. С. 166—176.
5. 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 // Вестн. Санкт-Петербург. ун-та. Сер. 4. Физика, химия. 2013. Вып. 4. С. 24—31.
6. Белов Н. П., Лапиов С. Н., Майоров Е. Е., Шерстобитова А. С., Яськов А. Д. Оптические свойства зеленых щелоков и применение промышленной рефрактометрии для контроля их состава при производстве сульфатной целлюлозы // Оптич. журн. 2014. Т. 81, № 1. С. 60—65.
7. Майоров Е. Е., Машек А. Ч., Цыганкова Г. А., Хайдаров А. Г., Абрамян В. К., Зайцев Ю. Е. Разработка оптико-электронного рефрактометрического прибора для контроля состава водных растворов гликолей // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика. 2016. № 3. С. 33—41.
8. Майоров Е. Е., Машек А. Ч., Цыганкова Г. А., Хохлова М. В., Курлов А. В., Черняк Т. А., Фадеев А. О. Компьютерное моделирование оптических спектров диметилсульфоксида $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$ и диметилсульфона $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_2$ для рефрактометрических средств контроля // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика. 2016. № 12. С. 35—41.
9. Майоров Е. Е., Прокопенко В. Т. Интерферометрия диффузно отражающих объектов. СПб: НИУ ИТМО, 2014. С. 193.

Сведения об авторах

- Виктор Трофимович Прокопенко** — д-р техн. наук, профессор; Университет ИТМО; кафедра световых технологий и оптоэлектроники; E-mail: prokopenko@mail.ifmo.ru
- Евгений Евгеньевич Майоров** — канд. техн. наук, доцент; СПбУТУиЭ, кафедра информационных технологий и математики; E-mail: majorov_ee@mail.ru
- Александр Леонидович Федоров** — канд. техн. наук, доцент; ВМПИ, кафедра физики; E-mail galusinka@mail.ru
- Галина Александровна Цыганкова** — канд. физ.-мат. наук; ВМПИ, кафедра физики; преподаватель; E-mail galusinka@mail.ru
- Татьяна Викторовна Жаркова** — канд. техн. наук, доцент; МВАА, кафедра математических, естественно-научных и общепрофессиональных дисциплин; E-mail: unzharg@mail.ru
- Александр Владимирович Дагаев** — канд. техн. наук, доцент; СПбУТУиЭ, кафедра информационных технологий и математики; E-mail: adagaev@list.ru

Рекомендована кафедрой
световых технологий и оптоэлектроники
НИУ ИТМО

Поступила в редакцию
20.02.17 г.

Ссылка для цитирования: Прокопенко В. Т., Майоров Е. Е., Федоров А. Л., Цыганкова Г. А., Жаркова Т. В., Дагаев А. В. Производственные испытания рефрактометрического прибора для контроля жидкофазных сред // Изв. вузов. Приборостроение. 2017. Т. 60, № 7. С. 672—678.

**PRODUCTION TESTING OF REFRACTOMETRIC DEVICE
FOR CONTROL OVER LIQUID-PHASE MEDIA**

**V. T. Prokopenko¹, E. E. Maiorov², A. L. Fedorov³, G. A. Tsygankova³,
T. V. Zharkova⁴, A. V. Dagaev²**

¹*ITMO University, 197101, St. Petersburg, Russia*

²*St. Petersburg University of Management Technologies and Economics,
190103, St. Petersburg, Russia
E-mail: majorov_ee@mail.ru*

³*Naval Polytechnic Institute, 196604, St. Petersburg, Pushkin, Russia*

⁴*Mikhailovskaya Artillery Military Academy, 195009, St. Petersburg, Russia*

Results of field tests of a refractometric instrument designed to measure characteristics of liquid-phase media, in particular food products, are presented. The developed device meets the requirements of production control and surpasses foreign analogues in technical and operational characteristics. The structural-functional diagram of the instrument is described, and its technical and operational parameters are discussed. The results of liquid-phase solid residual concentration measurements of by the Brix scale of the refractometer are compared with standard laboratory test; convergence of the results is found to be not worse than $\pm 0,3$ %.

Keywords: refractometer, sapphire, refractive index, reference point, solid residue

Data on authors

- | | |
|-----------------------------|---|
| Victor T. Prokopenko | — Dr. Sci., Professor; ITMO University, Department of Light Technologies and Optoelectronics; E-mail: prokopenko@mail.ifmo.ru |
| Evgeny E. Maiorov | — PhD, Associate Professor; St. Petersburg University of Management Technologies and Economics, Department of Information Technologies and Mathematics; E-mail: majorov_ee@mail.ru |
| Alexander L. Fedorov | — PhD, Associate Professor; Naval Polytechnic Institute, Department of Physics; E-mail: galusinka@mail.ru |
| Galina A. Tsygankova | — PhD; Naval Polytechnic Institute, Department of Physics; Lecturer; E-mail: galusinka@mail.ru |
| Tatiana V. Zharkova | — PhD, Associate Professor; Mikhailovskaya Artillery Military Academy, Department of Mathematical, Natural-Scientific, and General Professional Disciplines; E-mail: unzhar@mail.ru |
| Alexander V. Dagaev | — PhD, Associate Professor; St. Petersburg University of Management Technologies and Economics, Department of Information Technologies and Mathematics; E-mail: adagaev@list.ru |

For citation: Prokopenko V. T., Maiorov E. E., Fedorov A. L., Tsygankova G. A., Zharkova T. V., Dagaev A. V. Production testing of refractometric device for control over liquid-phase media. *Journal of Instrument Engineering*. 2017. Vol. 60, N 7. P. 672—678 (in Russian).

DOI: 10.17586/0021-3454-2017-60-7-672-678