

LABORATÓRNY OPTICKÝ VLÁKNOVÝ REFRAKTOMETER

(LABORATORY OF FIBER OPTIC REFRACTOMETER)

Ján TURÁN, Ľuboš OVSENÍK

Katedra elektroniky a multimediálnych telekomunikácií, Fakulta elektrotechniky a informatiky Technickej univerzity
v Košiciach, Park Komenského 13, 041 20, Košice, Tel./Fax.: +421 55 6335692, E-mail: Jan.Turan@tuke.sk

SUMMARY

Using fiber optics and microoptics technologies was designed an innovative fiber optic index of refraction transducer that has unique properties. On the base of this transducer a laboratory equipment type fiber optic refractometer was developed for liquid index of refraction measurements. Such refractometer may be used for medical, pharmaceutical, industrial fluid, petrochemical, plastic, food, and beverage industry applications. For example, it may be used for measuring the concentrations of aqueous solutions: as the concentration or density of a solute increase, the refractive index increases proportionately. The paper describes development work related to design of laboratory type fiber optic refractometer and describes experiments to evaluation of its basic properties.

Keywords: *refractometers, index of refraction measurement, fiber optic index of refraction transducer*

1. ÚVOD

Vývoj technológie výroby optických vlákien, vhodných zdrojov a detektorov optického žiarenia a iných optických vláknových systémov, umožňuje v súčasnosti rozsiahle uplatnenie týchto systémov pri riešení problémov prenosu informácií. Zdokonaľovanie vlastností optických vláknových systémov, klesajúca cena, vzrast spoľahlivosti a životnosti, umožňujú aplikáciu optických vláknových systémov aj v neprenosových aplikáciách (vo výskume, v medicíne, v automobilovom a leteckom priemysle atď.). Často sa v týchto aplikáciách využívajú nielen vlastnosti optických vlákien výhodných pri prenose optických signálov, ale aj tie, ktoré sú nežiaduce pri prenose signálov, ktoré sa snažíme v komunikačných aplikáciách odstrániť.

Optické vlákna týchto aplikácií sa používajú na osvetľovanie a pozorovanie, v nekonvenčných displejoch, spínačoch, v systémoch spracovania signálov (pamäte, transverzálne filtre, kodéry, dekodéry, korelátory, transformačné procesy atď.) a v OVS (optických vláknových senzoch) rôznych fyzikálnych veličín (posunutia, rýchlosti, tlaku, sily, zrýchlenia, teploty, akustických signálov, intenzity elektrického a magnetického poľa, rádioaktívneho žiarenia atď.), chemických veličín (PH, koncentrácie O₂, CO₂ a pod., proteínu, glukózy atď.), ako aj biologických veličín. Rozvoj optických vláknových senzorov umožnil najmä rozvoj polovodičovej elektroniky, techniky optických vlákien a optoelektroniky [1,2].

V porovnaní s konvenčnými senzormi optické vláknové senzory vynikajú predovšetkým vysokou citlivosťou, geometrickou variabilitou a možnosťami použitia pri vysokých napätiach a teplotách, vo výbušných a ľahko zápalných prostrediach a pod. Využitie optických vláknových senzorov prináša kvalitatívne nové možnosti v senzorovej technike. Univerzálnosť princípov ich konštrukcie umožňuje

snímanie takmer všetkých fyzikálnych veličín optickými vláknovými senzormi [3].

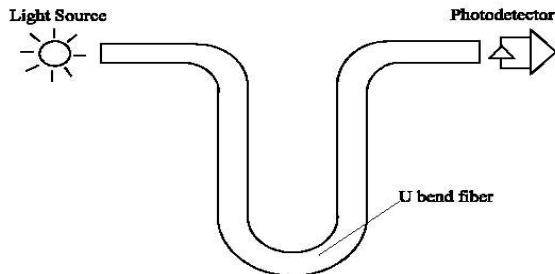
2. PRINCÍPY MERANIA INDEXU LOMU

Refraktometre delíme podľa rôznych charakteristík:

1. *Snímača, ktorý využívajú na samotné meranie:*
 - ❖ Refraktometre využívajúce na snímanie optický hranol.
 - ❖ Refraktometre využívajúce na snímanie optické vlákno.
2. *Použitia v praxi:*
 - ❖ Laboratórne refraktometre (tiež nazývané Abbeho refraktometre, ide hlavne o veľmi presné a precízne refraktometre).
 - ❖ Testovacie refraktometre (zväčša ich predstavujú ručné prístroje – handle devices).
 - ❖ Procesné refraktometre (In-line refraktometre).
3. *Mechanizmu spracovania a vyobrazenia nameraných hodnôt:*
 - ❖ Výlučne optické (využívajúce na vyobrazenie nameranej veličiny len optickú geometriu).
 - ❖ Optoelektronické (digitálne = spracovanie a vyhodnotenie je realizované v číslicovej forme, jednoduchšia práca s údajmi).
4. *Metódy merania:*
 - ❖ Refraktometre, ktoré snímajú pozíciu kritického uhla dopadu svetla na definovanej ploche (respektíve porovnávajú tmavé a svetlé časti plochy).
 - ❖ Refraktometre, ktoré merajú index lomu svetla podľa množstva naviazanej a vyžiarenej svetelnej energie „do“ a „z“ optického vlákna.
 - ❖ Refraktometre, ktoré detekujú spektrum a k nemu prislúchajúcu veľkosť pre jednotlivé vlnové dĺžky prijatého svetelného žiarenia.

Pri návrhu optického vláknového refraktometra bola použitá metóda využívajúca porovnanie vyslanej a prijatej svetelnej energie. Pre jej princi-

piálny popis je potrebný zdroj svetla, optické vlákno, fotodetektor a kvapalina. Optické vlákno ohneme do tvaru „U“. Zdroj svetla vyžaruje do vlákna svetelný výkon, ktorý je vedený optickým vláknom v tvare „U“ až na druhý koniec tohto vlákna. Tam svetlo vychádza z vlákna a je detekované fotodetektorom, ktorý túto informáciu vyhodnotí určením veľkosti prijatého optického výkonu (obr. 1).



Obr. 1 Optické vlákno ohnute do tvaru „U“
Fig. 1 Fiber optic „U“ bend

Snímanie indexu lomu svetla je zabezpečené ponorením ohnutého konca vlákna do kvapaliny. Svetlo sa optickým vláknom šíri buď priamo jadrom (pričom v ohybe nakoniec taktiež dôjde k odrazom), alebo odrazmi od stien plášťa vlákna respektíve na rozhraní jadro okolité prostredie. V prípade, že je vlákno umiestnené vo vzduchu by nemalo dochádzať k stratám optického výkonu vo vlákne okrem problému, ktorý nastáva v ohybe vlákna, kde vlastne vždy dochádza k určitým stratám výkonu. Tieto straty sa dajú vyjadriť vzťahom

$$\alpha_r = c_1 e^{(-c_2 R)} \quad (1)$$

Pričom α_r predstavuje samotné straty v optickom vlákne, R je polomer ohybu vlákna a c_1, c_2 sú konštanty. Ak bude dodržaná podmienka, že polomer ohybu optického vlákna bude omnoho väčší ako jeho kritický polomer R_C , tak straty v ohybe budú minimálne.

$$R_C = \frac{3n_1^2 \lambda}{4\pi \sqrt{n_1^2 - n_2^2}} \quad (2)$$

kde R_C je predstavuje kritický polomer ohybu vlákna, n_1 je index lomu jadra optického vlákna, n_2 je index lomu okolitého prostredia obklopujúceho optické vlákno a λ je vlnová dĺžka šíriaceho sa svetla.

Problém s nutnosťou ohybu vlákna sa dá riešiť tak, že namiesto ohnutého optického vlákna budú použité vlákna dve, ktoré budú mať na jednom konci vhodný optický prvok, napríklad optické šošovky alebo optický hranol, ktorý prenáša svetlo z jedného optického vlákna do druhého tak, aby nedochádzalo k stratám optického výkonu (respektíve, aby boli minimálne). Nesmieme však zabudnúť na to, že optické vlákno musí byť v časti ohnutia zbavené

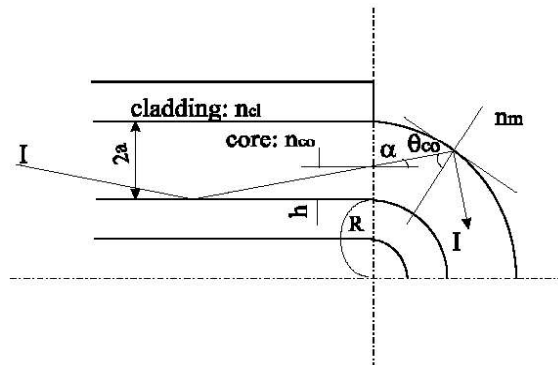
plášťa, inak by neplnilo túto funkciu. V rovnej časti vlákna je plášť ponechaný, aby nám v týchto miestach nevznikli zbytočné straty optického výkonu. Táto časť nám slúži len na privedenie svetla k miestu merania (obr. 2).

Samotné snímanie je realizované nasledovne. Uvažujme, že optické vlákno (snímač) je umiestnený vo vzduchu. Svetelné žiarenie sa šíri optickým vláknom totálnymi odrazmi od stien plášťa. Žiarenie, ktoré dojde k ohybu plášťa sa potom rozdelí na časť, ktorá bude vyžiarená do okolitého prostredia čím spôsobí straty optického výkonu (tie si však vieme vyjadriť). Druhá časť sa bude ďalej šíriť odrazmi od rozhrania jadro vlákna – okolité prostredie. Podmienku šírenia určuje uhol dopadu θ_{co} a θ_{bc} kritický uhol dopadu svetelného lúča na rozhranie. Svetelný lúč, ktorý dopadne na rozhranie pod uhlom θ_{co} väčším ako je kritický uhol θ_{bc} dopadu, sa bude ďalej šíriť vláknom ostatné lúče s menším uhlom ako θ_{bc} budú vyžiarené. Uhly vieme určiť podľa vzťahov

$$\theta_{co} = \arcsin\left[\frac{\cos \alpha (R+h)}{R+2a}\right] \quad (3)$$

$$\theta_{bc} = \arcsin\left(\frac{n_m}{n_{co}}\right) \quad (4)$$

kde n_{co} je index lomu jadra vlákna, n_m je index lomu okolitého prostredia, R je polomer ohnutia optického vlákna, a je polomer jadra vlákna, h je vzdialenosť lúča od rozhrania jadro plášťa, α je uhol pod ktorým lúč prechádza cez os vlákna.



Obr. 2 Uhly dopadu
Fig. 2 Angle of incidence

V prípade, že ohnutý koniec vlákna vložíme do meranej látky (kvapaliny), alebo zmeníme koncentráciu alebo teplotu daného meraného prostredia, zmení sa tak index lomu, čo spôsobí, ako je zo vzťahov jasné, zmenu kritického uhla. Zmení sa podmienka šírenia svetelného lúča $\theta_{co} > \theta_{bc}$ na stav $\theta_{co} \leq \theta_{bc}$, čoho následok bude vyžiarenie lúčov (dopadajúcich na rozhranie pod uhlom menším ako je nový kritický uhol θ_{bc}) do okolitého prostredia a teda strata optického výkonu. Index lomu je závislý od kritického uhla dopadu a teda aj od vyžiareného optického výkonu.

3. ARCHITEKTÚRA OPTICKÉHO VLÁKNOVÉHO REFRAKTOMETRA

Takmer všetky dostupné refraktometre používajú elementy, v ktorých je umiestnená kvapalná vzorka. Tieto poskytujú výstup, ktorý je založený na stupni ohnutia svetelného žiarenia v kvapalnom hranolovom rozhraní. V najjednoduchších refraktometroch sa toto ohnutie určuje vizuálne. V modernejších zariadeniach digitálneho charakteru je stupeň ohybu meraný automaticky použitím lineárneho fotodetektorového poľa.

Základný princíp vyvinutého refraktometra pozostáva zo vstupno – výstupného páru mnohovidových vlákien, ktoré obsahujú malé šošovky. Kužel svetla injektovaný do šošoviek zo vstupného vlákna je odrazený od vnútorného povrchu šošoviek a prenesený späť do výstupného vlákna. Ak vonkajší povrch šošoviek je v kontakte s kvapalinou, potom zníženie intenzity dopadajúceho svetla do výstupného vlákna silne závisí od indexu lomu kvapaliny. Vďaka tomuto má čidlo široký dynamický rozsah a jeho relatívna citlivosť pre zodpovedajúcu zmenu indexu lomu Δn je rádu 5 až 10, cez široký rozsah indexu lomu $n = 1,3$ až 1,6. Priebeh výstupného výkonu v závislosti od indexu lomu môže mať u tohto čidla lineárny (obr. 3a), alebo semilogaritmický (obr. 3b) charakter. Priemery šošoviek pre čidlo sa môžu pohybovať v rozmeroch od 250 do 350 μm [3].

Tieto senzory pre svoju malú štruktúru typu sondy môžu byť ľahko vložené do vrcholu kontajnera alebo nádoby s kvapalinou. Sú schopné detekovať veľmi malé zmeny indexu lomu.

Kombináciou týchto čidiel s malým prírastkom dát a technológiou číslicového spracovania signálov je možné vyvinúť nové mnohostranné a praktické meracie prístroje. Súčasou snahou je vytvoriť počítačom riadený laboratórny prístroj, refraktometer, ktorý je schopný určiť index lomu rôznych kvapalín do koncentrácie 1častica na 10^4 častíc.

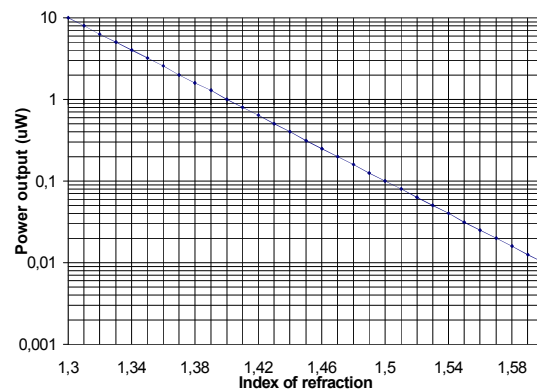
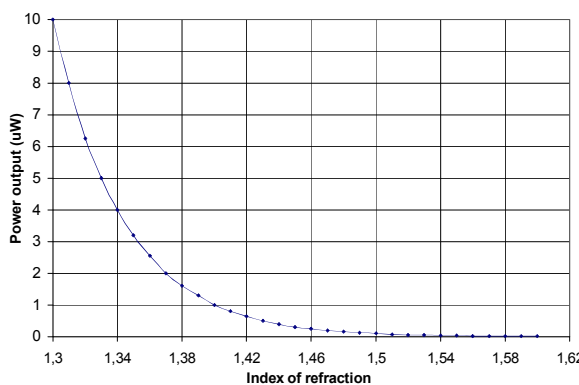
Refraktometre sú často používané pre medicínske, farmaceutické, chemické, petrochemické, plastické, potravinárske účely, napr. na kontrolu výroby nápojov (s rastúcou koncentráciou rastie index lomu). Pretože index lomu je silne závislý od teploty a tiež v menšej miere od vlnovej dĺžky, tieto efekty musia byť korigované. Prostriedky, ktoré používa nami navrhnuté a realizované čidlo, sú schopné korekcie vnútornej teplotnej závislosti indexu lomu kvapalín. Ďalšie korekcie sú urobené s presnosťou 1 častica na 10^4 . Bolo nevyhnutné použiť nízkošumové elektronické obvody a korekciu pre prúd za tmy fotodetektora, a tiež je nevyhnutné korigovať teplotnú citlivosť svetelného zdroja a fotodetektora.

Na obr. 4a je blokový diagram prvého (základného) systému pre korigovanie cudzích vplyvov pri meraní. Tento merací systém pozostáva z nasledujúcich elementov:

- ❖ svetlo emitujúca dióda ako svetelný zdroj a jej elektronický ovládač,
- ❖ fotodetektor na presné určenie úrovne výstupného svetla LED,
- ❖ fotodetektor na zaznamenanie svetla vracajúceho sa z čidla,
- ❖ počítač, ktorý riadi tento systém.

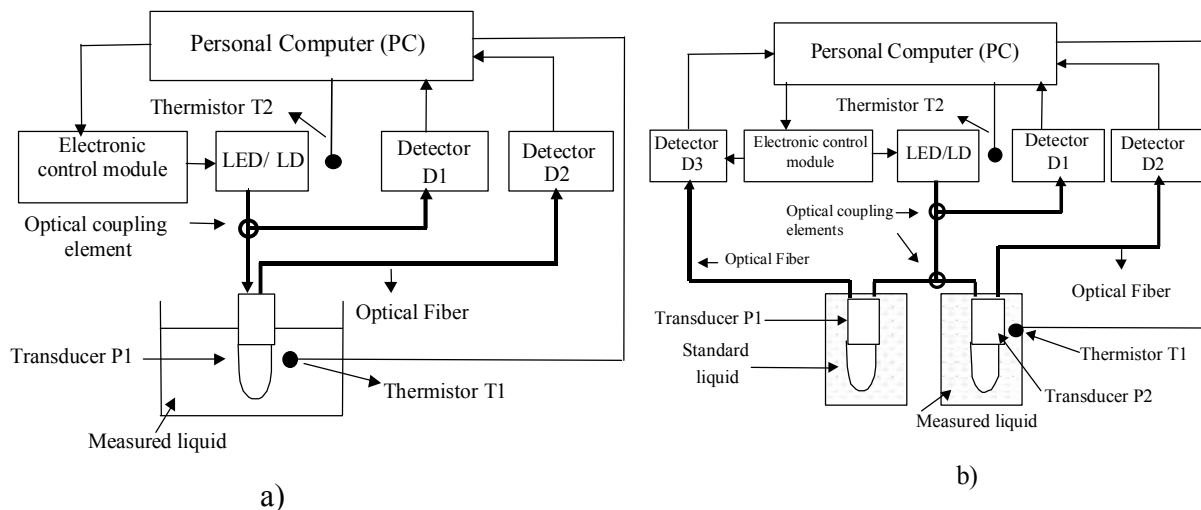
V tomto prípade sa bude počítať pomer intenzity z čidla pre neznámu tekutinu a neskôr určenej intenzity svetla pre štandardnú kvapalinu. Potom počítač výpočtom alebo porovnaním určí hodnotu indexu neznámej kvapaliny. Teplota okolia a kvapaliny sa určí pomocou termistorov, alebo použitím optického vláknového teplotného senzora.

Druhý systém (diferenciálny) je znázornený na obr. 4b. V tomto prípade systém používa odlišnú techniku, t.j. indexy lomu známej a neznámej kvapaliny sa merajú simultánne, čo umožňuje meranie indexu lomu neznámej kvapaliny s veľmi veľkou presnosťou. Táto technika môže byť použitá, ak je požadovaná extrémna presnosť merania.



Obr. 3 Závislosť výstupného výkonu od indexu lomu môže byť a) lineárna alebo b) semilogaritmická

Fig. 3 Dependency of the transducer output vs. refractive index can be a) linear or b) semi-logarithmic

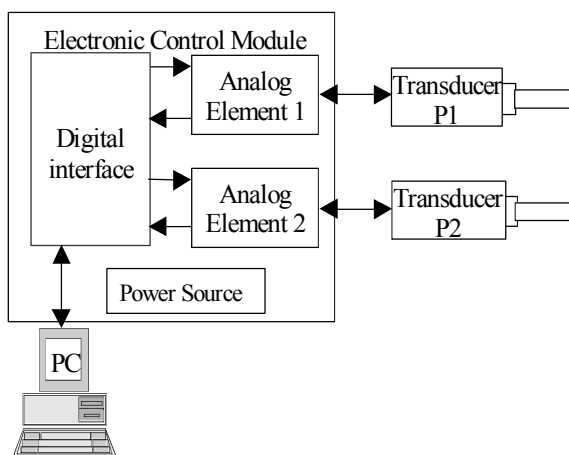


Obr. 4 Bloková schéma a) základného a b) diferenciálneho typu optického vláknového refraktometra
Fig. 4 Block diagram outlining the design of a) basic and b) differential type fiber optic refractometer

4. LABORATÓRNY REFRAKTOMETER

Riešenie laboratórneho optického vláknového senzorového meracieho systému (refraktometra) môžeme rozdeliť na päť častí (obr. 5):

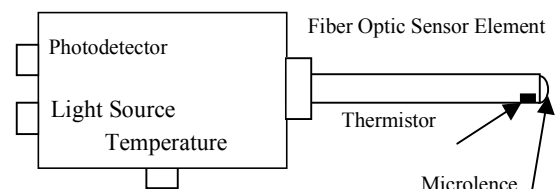
- ❖ optický vláknový senzor (prevodníky 1,2),
- ❖ návrh elektrických obvodov pre optický vláknový senzor (analogové časti 1,2),
- ❖ návrh rozhrania senzor – počítač (číslíková časť),
- ❖ napájací zdroj,
- ❖ vytvorenie vhodného ovládacieho programu.



Obr. 5 Bloková schéma laboratórneho optického vláknového refraktometra
Fig. 5 Block scheme of the laboratory fiber optic refractometer

Optický vláknový senzor (Transducer P1, P2) sníma index lomu kvapalín. V puzdre optického vláknového senzora (obr. 6) je umiestnený termistor pre meranie teploty kvapaliny.

Úlohou *elektrických obvodov* (Analog Element 1, 2) je dodať nami požadovaný budiaci prúd pre LED diódu alebo pre laserovú LD diódu. Napätie získané z fotodetektora zosilniť a upraviť, aby bolo vhodné pre použitý A/D prevodník.



Obr. 6 Optický vláknový senzorový modul
Fig. 6 Fiber optic sensor module

Úlohou *rozhrania* (Digital Interface) je previesť výstupné analogové napätie zo senzora na číslíkovú formu údajov pre počítač (obr. 7). Rozhranie senzor – počítač tvorí vlastne riadiaci obvod meracieho systému, ktorý komunikuje s počítačom cez paralelné rozhranie PC. Základným integrovaným obvodom je obvod pre paralelné rozhranie typu MHB8255. Riadiaca jednotka plní tieto funkcie:

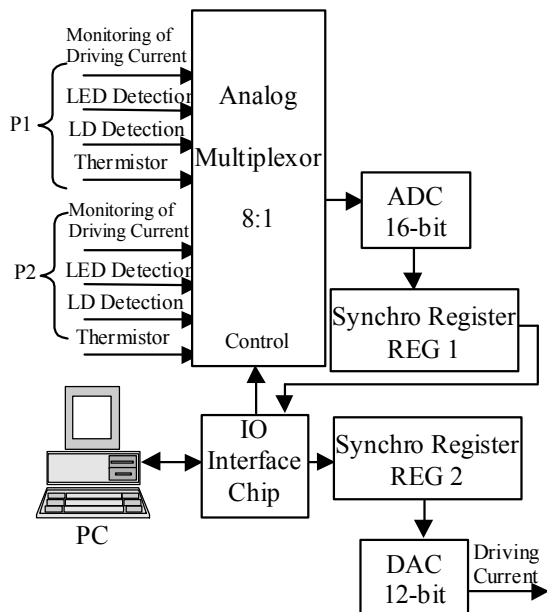
- ❖ komunikácia periférie s počítačom,
- ❖ riadenie 12 bitového D/A prevodníka typu MDAC 565, ktorým sa volí potrebné napätie pre nastavenie nami zvoleného prúdu (od 10 do 100mA),
- ❖ riadenie obvodu analogového multiplexora typu MAC08, ktorým sa prepínajú merané obvody na vstup 16 bitového A/D prevodníka,
- ❖ riadenie 16 bitového prevodníka, t.j. spúšťanie prevodu a následné vyčítanie prevedenej hodnoty napätia do binárneho tvaru cez paralelné rozhranie do počítača.

Napájací zdroj (Power Source) dodáva potrebné napájacie napätie pre jednotlivé obvody refraktometra, a to +5V, -5V, +15V. Nakoniec *ovládaci programový balík* má zabezpečiť spracovanie údajov a následné zobrazenie výsledkov. Základné pracovné okno tohto ovládacieho programu pozostáva z troch základných položiek:

1. *Nastavenia*: kde je možné vybrať typ metódy merania, typu senzora merania, LPT portu,

nastavenie budiaceho prúdu a tiež štatistického počtu meraní.

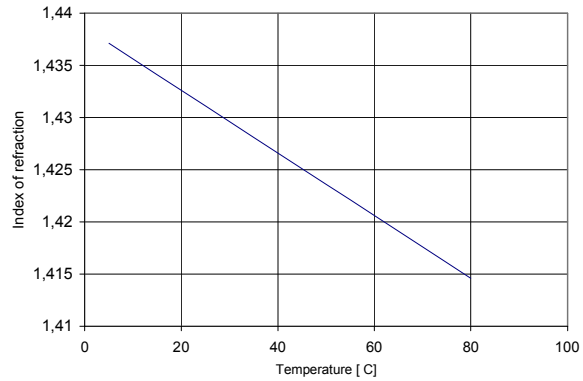
2. *Volby*: obsahujú jednotlivé funkcie prístroja
 - ❖ **Merač** - slúži na meranie indexu lomu kvapalín,
 - ❖ **Testovač** - slúži na testovanie senzorov s možnosťou výberu testovacej závislosti (obr.8),
 - ❖ **Sledovač** - je monitorovací systém s funkciou registrovania a hlásenia zmeny indexu lomu v nastavených meracích intervaloch,
 - ❖ **Prenosný RM** - slúži na prenos a vyhodnotenie nameraných údajov z prenosného refraktometra.
3. *WWW*: bude slúžiť na obsluhu (vizualizácia systému, nastavenie ohrevu vzorky, výber vzorky, kontrola stavu senzora) a meranie pomocou optického vláknového laboratórneho refraktometra riadeného telemetricky cez internet (virtuálne laboratórium).



Obr. 7 Bloková schéma číslicového rozhrania k PC
Fig. 7 Block scheme of the digital interface to PC

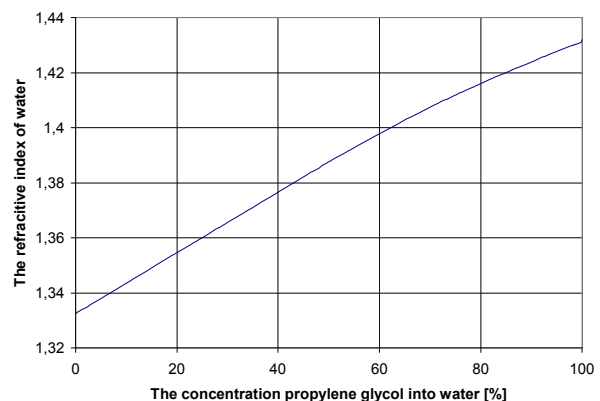
5. EXPERIMENTY A VÝSLEDKY

Úlohou experimentu bolo na známej vzorke kvapaliny overiť správne fungovanie optického vláknového refraktometra vo forme laboratórneho prístroja pri meraní zmeny indexu lomu predloženej kvapaliny v závislosti od zmeny teploty a koncentrácie. Pre meranie bola použitá kvapalina propylen glycol. Je to bezfarebná tekutina bez vône, sladkej chuti, ktorá je zmiešateľná s vodou a väčšinou organických rozpúšťadiel. Index lomu propylen glycolu je $n = 1,4326$ pre sodíkové svetlo pri teplote 20°C .



Obr. 9a Závislosť indexu lomu od teploty
Fig. 9a Dependency of refractive index from temperatures

Pre meranie teplotnej závislosti (obr. 9a) zmeny indexu lomu propylen glycolu, bola menená teplota od 5 do 80°C s krokom 5°C . Pre meranie závislosti zmeny indexu lomu kvapaliny od koncentrácie (obr. 9b), bol propylen glycol rozpúšťaný v destilovanej vode od koncentrácie 0% do koncentrácie 100% pri konštantnej laboratórnej teplote 25°C .



Obr. 9b Závislosť indexu lomu od koncentrácie
Fig. 9b Dependency of refractive index from concentration

Z nameraných hodnôt vyplýva, že teplotná závislosť zmeny indexu lomu propylen glycolu $\Delta n/\Delta t$ je lineárna a mení sa s rýchlosťou $0,0003/^{\circ}\text{C}$. Pre vodu bola meraním zistená lineárna teplotná závislosť zmeny indexu lomu $\Delta n/\Delta t$ so zmenou $0,0001/^{\circ}\text{C}$. Pre zmenu indexu lomu propylen glycolu v závislosti od jeho koncentrácie v destilovanej vode platí lineárna závislosť tejto zmeny $\Delta n/\Delta c$ s krokom približne $0,001/1\%$.

V ďalšom sme prístroj overili meraniami indexu lomu rôznych petrochemických produktov (tab. 1).

Petrochemical products	Refractive index	Temperature (°C)
Water	1.3333	21
Synthetic alcohol	1.362	21
Propylen glycol	1.4268	21
Mobil VS-200	1.4399	21
Mobil motor 5W-50	1.4678	21
Oil drive	1.4757	21
Madit drive	1.4828	21

Tab. 1 Výsledky merania petrochemických produktov

Tab. 1 Result of measurement petrochemical products

6. ZÁVER

V článku sme uviedli výsledky návrhu a realizácie optického vláknového refraktometra ako laboratórneho prístroja riadeného počítačom typu „PC“. Prístroj je schopný implementovať základný, ako aj diferenciálny variant merania indexu lomu kvapalín v rozsahu $n = 1,33 - 1,6$. Vlastnosti prístroja boli overené meraním teplotnej a koncentračnej závislosti indexu lomu propylen glycolu, ako aj rôznych ďalších petrochemických produktov. Výsledky meraní potvrdili správnu funkciu prístroja.

LITERATÚRA

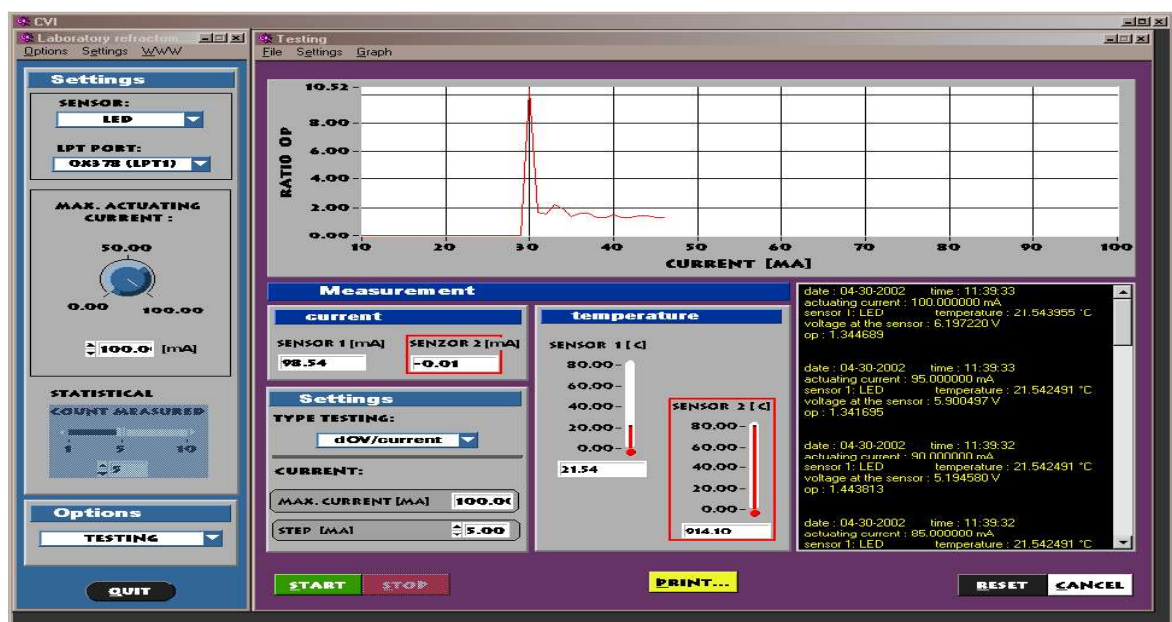
- [1] Davis, Ch. M. - Carome, E. F. - Weik, M. H. - Ezekiel, S. - Einzing, R. E.: Fiber Optic Sensor Technology Handbook. Optical Technologies, Herndon, 1986.
- [2] Turán, J - Petřík, S.: Fiber Optic Sensors. Alfa, Bratislava, 1990.

- [3] Turán, J. - Carome, E. F. - Ovseník, Ľ.: Fiber Optic Refractometer for Liquid Index of Refraction Measurements. In. Proc. of TELSIKS2001, Niš (Yugoslavia), Sept. 19-21, 2001, p. 489-491.

BIOGRAPHY

Ján Turán (Prof, Ing, RNDr, DrSc) was born in Šahy, Slovakia. He received Ing (MSc) degree in physical engineering with honours from the Czech Technical University, Prague, Czech Republic, in 1974, and RNDr (MSc) degree in experimental physics with honours from Charles University, Prague, Czech Republic, in 1980. He received a CSc (PhD) and DrSc degrees in radioelectronics from University of Technology, Košice, Slovakia, in 1983, and 1992, respectively. Since March 1979, he has been at the University of Technology, Košice as Professor for electronics and information technology. His research interests include digital signal processing and fiber optics, communication and sensing.

Ľuboš Ovseník (Ing, PhD.) was born in Považská Bystrica, Slovakia, in 1965. He received his MSc degree in radioelectronics from the Faculty of Electrical Engineering and Informatics of University of Technology in Košice, Slovakia, in 1990. He received PhD. degree in electronics from University of Technology in Košice, Slovakia, in 2002. Since February 1997, he has been at the University of Technology, Košice as Assistant professor for electronics and information technology. His general research interests include fiber optics, optoelectronics, optoelectronic communications, fiber optical sensors and the fiber optical application in the microwave domain.



Obr. 8 Testovač
Fig. 8 Testing