

REFRAKTOMETRELER VE KALİBRASYON METODLARI

Elif Derya ÜBEYLİ¹, İnan GÜLER²

¹Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Elektronik ve Bilgisayar Bölümü, 06500 Teknikokullar, Ankara
Tel: 0 312-2126820 E-Mail: edubeyli@tef.gazi.edu.tr

²Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Elektronik ve Bilgisayar Bölümü, 06500 Teknikokullar, Ankara
Tel: 0 312-2123976 E-Mail: iguler@tef.gazi.edu.tr

ÖZET

Bu çalışmada, refraktometrelerin kritik açı metodu ile kırılma indislerini ölçme tekniği anlatılmaktadır. Işığın dalga boyu, ortam şartları, malzemenin kırılma indisini etkileyen faktörler olarak tanımlanmaktadır. Refraktometrelerin kullandıkları alanlar ve hassasiyetlerine göre sınıflandırılmaları yapılmakta ve çalışma prensipleri açıklanmaktadır. Farklı tipteki refraktometrelerin farklı skalaları, kullanımları ve özellikle sıcaklık gibi ortam şartlarına göre ölçümlerinin nasıl değiştiği hakkında bilgi verilmektedir. Refraktometrelerin kalibrasyonları sırasında yapılması gereken işlemler ve kullanılan referans setler açıklanmaktadır.

Anahtar Sözcükler: refraktometre, kalibrasyon, referans, kırılma indisi.

1. GİRİŞ

Refraktometreler, katı ve sıvı saydam ortamların kırılma indislerini ölçen cihazlardır. Refraktometrik metodlar (kırılma indisi ölçümü), yağ, meyve suyu gibi gıda ürünlerinin analizinde, şeker sanayisinde, eczacılık alanında, kimya sanayiinde oldukça önemlidir. Refraktometrik metodlar, kolaylık ve doğruluk açısından çoğunlukla kullanılan fiziksel metodlardan biridir. Kırılma indisi büyük doğrulukla (10^{-5} e kadar) ve az zaman kaybı ile ölçülebilen fiziksel sabitlerden biridir.

2. FİZİKSEL TEMEL

2.1. Kırılma İndisi

İki saydam ortam arasındaki sınırdan geçen ışığın, yönünün değişmesi kırılma olarak belirtilir (Şekil 1). Işığın gelme açısının kırılma açısına oranı sabit bir değere eşittir.

$$\frac{\sin i_1}{\sin i_2} = n_{21} \quad (1)$$

Burada, i_1 gelme açısı, i_2 kırılma açısı, n_{21} ikinci ortamın birinci ortama göre olan kırılma indisidir. Kırılma indisi, ışığın birinci ve ikinci ortamdaki hızları arasındaki ilişkiyi vermektedir:

$$n_{21} = \frac{v_1}{v_2} \quad (2)$$

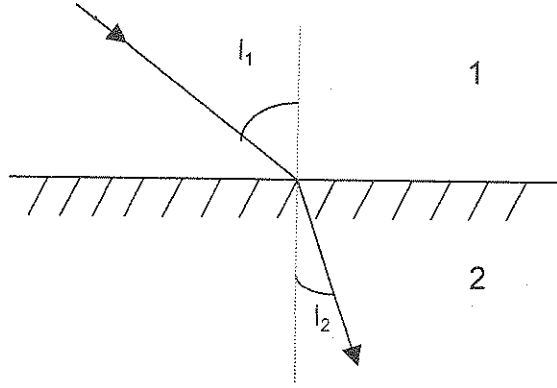
Bir ortamın kırılma indisinin boşluğa göre oranı mutlak kırılma indisi olarak adlandırılır. Ortamın kırılma indisi, ışığın ortamdaki hızının (c) ışığın herhangi bir ortamdaki hızına (v) oranıdır.

$$n = \frac{c}{v} \quad (3)$$

Denklem (2) ve (3)'e göre, bağıl kırılma indisi birinci ve ikinci ortamların mutlak kırılma indislerinin oranına eşittir.

$$n_{21} = \frac{n_2}{n_1} \quad (4)$$

Bir ortamın kırılma indisi, ortamın özelliğine, dış şartlara (özellikle sıcaklık) ve ışığın dalga boyuna bağlıdır [1].



Şekil 1. İki saydam ortamın ara yüzeyinde ışığın kırılması.

2.2. Toplam İç Yansımaya

$n_{21} = (n_2/n_1) > 1$ ise $\sin i_1 > \sin i_2$ ve $i_1 > i_2$ olur. Bu durumda, i_2 açısı kritik açı olarak belirtilen değerinden daha büyük olamaz. Kritik açı değeri şu şekilde belirtilir:

$$\sin \varphi_c = \frac{n_1}{n_2} \quad (5)$$

Işık, büyük kırılma indisi olan ortamdaki daha küçük kırılma indisi olan ortama doğru $i_2 > \varphi_c$ açısı ile hareket ederken ortamların ara yüzeyinde kırılmaz ve toplam yansımaya uğrar. $i_2 < \varphi_c$ açısı ile gelen ışığın kırılması, ortamların ara yüzeyinde kısmi yansımaya oluşur. $i_2 = \varphi_c$ açısı, kritik açı olarak adlandırılır (Şekil 2).

2.3. Kritik Açı Metodu İle Kırılma İndisi Belirleme

İki ortam arasındaki kritik açı ortamların kırılma indislerine bağlıdır. Bu durumda, bir ortamın kırılma indisi biliniyorsa, φ kritik açısı kullanılarak diğer ortamın kırılma indisi belirlenebilir [2, 3].

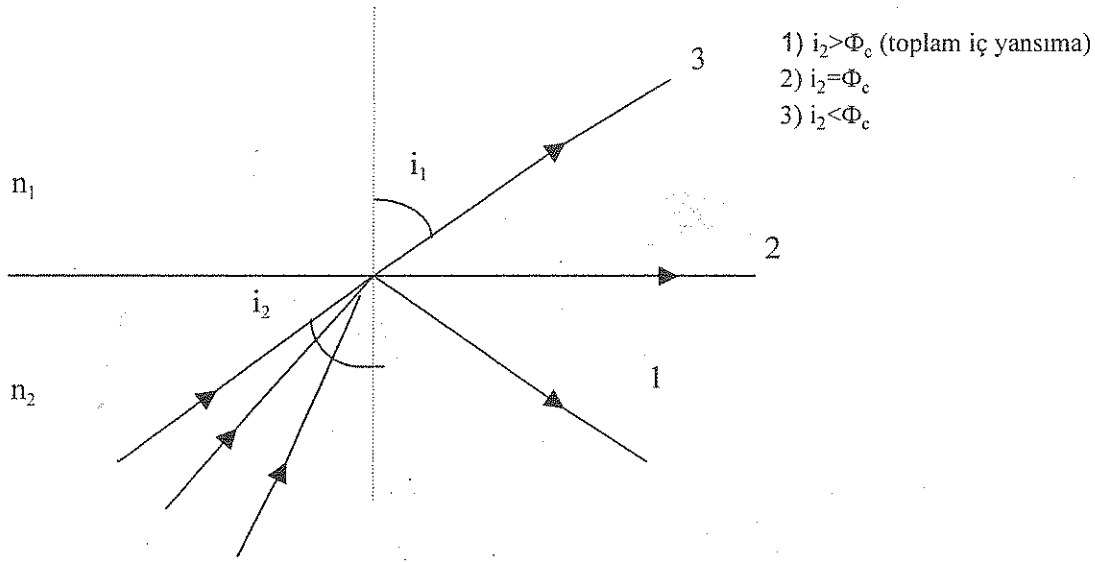
$$n_1 = n_2 \sin \varphi \quad (6)$$

Bu metoda göre, sadece açı değerinin ölçülmesi gereklidir. Birçok kritik açı metodu kullanan refraktometrelerin önemli parçası, kırılma indisi tam olarak belirlenmiş olan optik camdan yapılmış ölçme prizmasıdır. Ölçme prizmasının bir tarafı ölçülen obje ile optik temastadır. Işık kırılması ve toplam iç yansımaya, ölçme

prizması ile prizmanın kenarında oluşabilir ve optik tüp ile ölçme prizmasının ikinci tarafından gözlenebilir. (Şekil 3). Prizmadan çıkan ışık demetinin incelenmesinde tüpün görüntü alanında karanlık ve aydınlık iki kısma ayrılmış bir görüntü elde edilir ve bu iki kısmın ara yüzeyi kritik açıya karşılık gelir. Kritik açı metodunu kullanan bütün hesaplamalarda geçerli olan β açısı ile ölçülen ortamın kırılma indisi n arasındaki bağıntı aşağıda verilmektedir.

$$n = \sin \alpha \sqrt{N^2 - \sin^2 \beta} \pm \cos \alpha \sin \beta \quad (7)$$

Refraktometrelerde kırılma indisi skalasından başka %Brix skalası gibi farklı skala tipleri bulunabilir. Bu tip refraktometrelerde, ana skala olan kırılma indisi ile farklı skalalar arasındaki bağıntı dikkate alınarak ölçüm yapılır [4, 5].



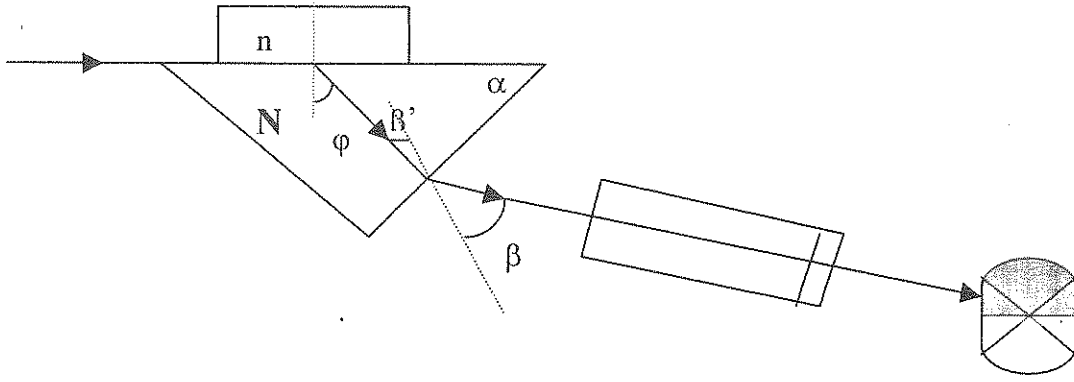
Şekil 2. $n_2 > n_1$ olan ortamlarda $i_2 > \phi$ açısı ile gelen ışığın ortamların ara yüzeyinde toplam iç yansımaya uğraması.

3. REFRAKTOMETRENİN YAPISI VE ÇALIŞMA PRENSİBİ

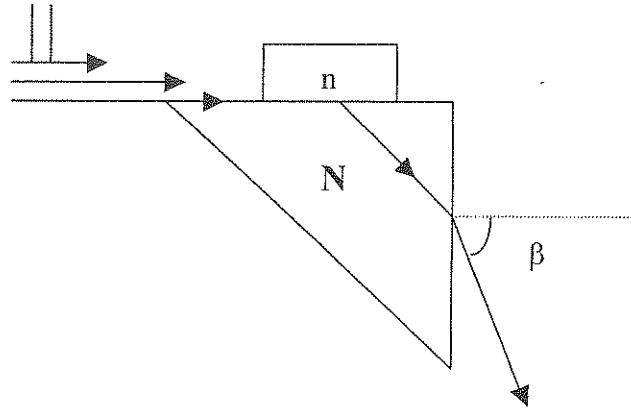
3.1. Pulfrich Refraktometre

Pulfrich refraktometrenin özelliği, lineer spektrumlu ışık kaynağı kullanmaları ve ölçme prizmasının kırılma açısının 90 derece olmasıdır. $\alpha=90^\circ$ alınır ve denklem (7) kullanılarak hesaplama yapılırsa, kırılma indisi için aşağıdaki ifade elde edilir:

$$n = \sqrt{N^2 - \sin^2 \beta} \quad (8)$$



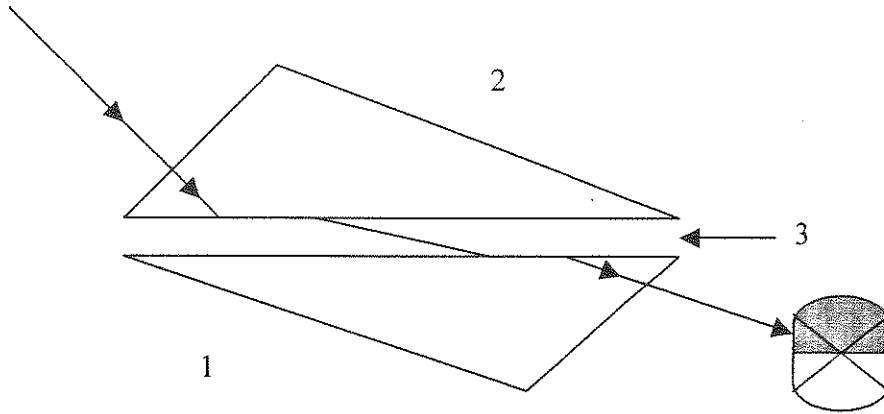
Şekil 3. Kritik açı ölçümüne bağlı olan refraktometrenin şematik gösterimi.



Şekil 4'te, ışığın Pulfrich refraktometrenin ölçme prizmasından geçişi görülmektedir.

3.2. Abbe Refraktometre

Ölçme prizmasının yapısı, ek aydınlık prizması, ölçüm için beyaz ışık kullanımı, özel skala yapısı Abbe refraktometrenin özelliklerindedir. Abbe refraktometrenin ölçme prizmasının kırılma açısı α 60° 'dir. Şekil 5'te görülen Abbe prizma bloğunun yapısından dolayı, bu tip refraktometreler ile hassas ölçüm yapılabilir. Abbe refraktometrenin diğer bir özelliği beyaz ışık kullanılmasıdır. Beyaz ışıkta toplam iç yansımanın gözlenmesinde dispersiyondan dolayı, aydınlık ve karanlık alanı ayıran net çizgi yerine spektrum bandı görülür. Bu etkiyi yok etmek için, optik tüp merceğinin önünde bulunan dispersiyon kompensatörü kullanılır.



Şekil 5. Abbe refraktometrenin prizma şekli: 1. ölçme prizması, 2. ışık prizması, 3. ölçülen sıvı tabakası.

3.3. El Refraktometresi

Birçok teknolojik proseslerde refraktometrelerin kullanılmasından dolayı, basitleştirilmiş refraktometreler tasarlanmıştır. Bunlar güvenilir ve pahalı olmayan refraktometrelerdir fakat, kırılma indisinin ölçme aralığı dardır.

3.4. Sıvı Numunelerin Ölçümünde Kullanılan Refraktometreler

Bu tip refraktometreler, kritik açı etkisini kullanarak çözeltilerin kırılma indislerini ölçerler. Işık kaynağı ve dalga boylarının kontrolü için gerekli olan filtrelerle toplam iç yansıma tekniği, çözeltinin aydınlanmasında kullanılmaktadır. Sıvı refraktometrelerinde, genellikle ölçüm yapılırken çözelti ölçme prizmasına konulduktan sonra otomatik olarak kırılma indisi ve/veya %Brix değeri okunabilir. Bazı sıvı refraktometrelerinde sıcaklık kompanseörü (TC) bulunduğu için dolayı, 20°C'ye göre %Brix ölçümü yapılabilmektedir. Bu yüzden, bu tip refraktometreler ölçüm için çok daha kullanışlı ve hızlıdır [6].

4. KALİBRASYON METODU

Kalibrasyon, ölçülen büyüklüğün gerçek değeri ile onu ölçen aletin verdiği netice arasında bağıntı kurma işlemidir. Kalibrasyon, ölçümler dizisidir. Doğruluğu bilinen bir ölçüm standardını ve sistemini kullanarak diğer test ve ölçü aletlerinin doğruluğunun ölçülmesi, sapmaların belirlenmesi ve raporlanması işlemidir [7]. Kalibrasyon sırasında öncelikle ortam şartları sağlanmalıdır. Laboratuvar ortam sıcaklığı 20.0±0.5°C, atmosferik basınç 720-780 mmHg, bağıl nem %80'den az olmalı ve mekanik titreşimler olmamalıdır. Kalibrasyon sırasında kullanılacak malzemeler: alkol, pipet, α-bromnaftalin, saf su, pamuk, referans (cam prizma veya sakaroz çözeltileri). Önce refraktometrenin dış muayenesi yapılır. Refraktometrenin metal kısımlarında paslanma veya çizikler olmamalı, bütün ayar düğmeleri çalışıyor olmalı, optik kısımların yüzeyinde çizikler olmamalı, bütün optik kısımlar parlak ve lekesiz olmalı, refraktometrenin skalası iyi ışıklandırılmış olmalıdır. Kalibrasyona başlamadan önce refraktometre ve referanslar laboratuvar ortamında bekletilir. İlk işlem olarak saf su ile sıfır ayarı yapılır ve doğru okumaya set edilir. 20.0±0.1°C sıcaklıkta saf suyun kırılma indisi $n=1.33299$ ve 0 %Brix değerine eşittir. Refraktometrenin kalibrasyonu, 20°C'den farklı sıcaklıkta yapılıyorsa kırılma indisinin ayarı kalibrasyonun yapıldığı sıcaklık değerine göre yapılır. Sıfır noktası ayarlandıktan sonra kırılma indisi değerleri, kalibrasyon sertifikasında verilmiş olan referans setler kullanılarak kalibrasyon yapılır. Pulfrich, Abbe ve el refraktometrelerinin kalibrasyonunda referans olarak cam prizmalar kullanılabilir. Bu tip refraktometrelerin kalibrasyonu sırasında ölçümler şu şekilde yapılır. α-bromnaftalinden küçük bir damla, refraktometrenin ölçme prizmasının üzerine konur. Bu şekilde referans prizmanın parlak yüzeyi ölçme prizmasının üzerine yerleştirilir. Referans prizmanın mat yüzeyi ışığa doğru yerleştirilir. Aydınlık/karanlık sınır ayarı yapılarak ölçüm alınır. Referans prizma çıkarılır ve alkol, pamuk kullanılarak referans prizma, ölçme prizması temizlenir. Daha sonra referans set içerisindeki kırılma indisleri farklı olan diğer prizmalar konur ve ölçümler alınır. Herbir prizma için 5 ölçüm alınıp ortalaması hesaplanır. Ortalama değer ile referans prizmanın değeri arasındaki fark bulunur. Böylece, mutlak hata hesabı yapılır. Refraktometrenin ölçme aralığı içerisinde bulunan bütün referanslar için aynı işlem uygulanır. Refraktometrenin kırılma indisi ve %Brix skalası var ise cihazın mutlak hatası her iki skalaya göre hesaplanır. Sıvı refraktometrelerinin kalibrasyonu genel olarak, diğer refraktometrelerin kalibrasyonu ile aynıdır. Genellikle, bu tip refraktometrelerin kalibrasyonunda kırılma indisi ve %Brix değerleri kalibrasyon sertifikasında belirli olan sakaroz çözeltileri kullanılır. Kalibrasyon sırasında bir miktar sakaroz pipet ile alınıp refraktometrenin ölçme prizmasına konur. Daha sonra ölçüm yapılır ve kırılma indisi, %Brix değeri okunur ve sertifikasındaki değerler ile karşılaştırılarak mutlak hata hesabı yapılır.

Kalibrasyon sırasındaki bütün ölçümler kullanma klavuzuna uygun olarak yapılmalıdır. Kalibrasyon, refraktometrenin ölçme aralığı içerisinde en az 3 noktada yapılmalıdır. Bu refraktometrenin ölçme aralığına ve aralık içerisinde kullanılacak referansın sayısına bağlıdır. Sertifikada belirtilen kalibrasyon periyodu 1 yıldır.

5. KALİBRASYON SONUÇLARININ İRDELENMESİ

Yukarıda bahsedilen metodlara göre yapılan kalibrasyon sonucunda, elde edilen hata değerleri ile refraktometrelerin doğrulukları belirlenmektedir. Böylece, doğru ölçüm sonuçları elde edilebilir. Kalibrasyonu yapılmış refraktometreler ile yapılacak ölçümler, istenilen ürün özelliklerinin sağlanmasını, üretim ve maliyet giderlerinin azalmasını sağlayacaktır. Kalibrasyonlu refraktometreler kullanılarak yapılan ölçümler ile ürünlerde olabilecek muhtemel farklılıklar giderilmiş olur ve istenilen kalite seviyesi elde edilir.

KAYNAKLAR

- [1] B. Yavorsky, A. Detlaf, "Handbook of Physics", 1988, s. 602-611.
- [2] MI 279-66
- [3] GOST 24908-81
- [4] ISO 2173
- [5] TS 4890
- [6] MI 1023-85
- [7] Ş. Baytaroğlu, H. Kesikoğlu, H.Ö. Özbay, "Metrolojide Kullanılan Temel ve Genel Terimler Sözlüğü", 1994.