

基于最小偏向角法的高精度液体折射率测量装置的优化设计与测量研究

付兴丽 冯杰 范晓辉 潘梦芸 韦秋叶

Optimization design and test of a high-precision measuring device of liquid refractive index based on the method of minimum deviation angle

FU Xing-li, FENG Jie, FAN Xiao-hui, PAN Meng-yun, WEI Qiu-ye

引用本文:

付兴丽, 冯杰, 范晓辉, 潘梦芸, 韦秋叶. 基于最小偏向角法的高精度液体折射率测量装置的优化设计与测量研究[J]. *中国光学*, 2022, 15(4): 789-796. doi: 10.37188/CO.2022-0064

FU Xing-li, FENG Jie, FAN Xiao-hui, PAN Meng-yun, WEI Qiu-ye. Optimization design and test of a high-precision measuring device of liquid refractive index based on the method of minimum deviation angle[J]. *Chinese Optics*, 2022, 15(4): 789-796. doi: 10.37188/CO.2022-0064

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.37188/CO.2022-0064>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

应用最小偏向角法的液体折射率精密测试

Precision test technology of liquid refractive index using the method of minimum deviation angle

中国光学. 2019, 12(4): 826 <https://doi.org/10.3788/CO.20191204.0826>

基于正解过程的Risley棱镜光束指向控制精度分析

Analysis of beam steering control precision for Risley prisms based on forward solution

中国光学. 2017, 10(4): 507 <https://doi.org/10.3788/CO.20171004.0507>

用双液芯柱透镜测量蔗糖水溶液的液相扩散系数

Measuring liquid-phase diffusion coefficient of aqueous sucrose solution using double liquid-core cylindrical lens

中国光学. 2018, 11(4): 630 <https://doi.org/10.3788/CO.20181104.0630>

单端面透射模式长周期光栅的设计和测试

Design and test of transmission mode measurement device based on long period fiber grating with a single end face

中国光学. 2017, 10(6): 783 <https://doi.org/10.3788/CO.20171006.0783>

采用五棱镜扫描法检测大口径平面镜的面形

Surface shape measurement of large flat mirrors using a scanning pentaprism method

中国光学. 2019, 12(4): 920 <https://doi.org/10.3788/CO.20191204.0920>

激光微角偏移测试系统研究

Laser micro angular deviation measurement system

中国光学. 2017, 10(2): 234 <https://doi.org/10.3788/CO.20171002.0234>

文章编号 2095-1531(2022)04-0789-08

基于最小偏向角法的高精度液体折射率测量装置的 优化设计与测量研究

付兴丽¹, 冯 杰^{2*}, 范晓辉², 潘梦芸², 韦秋叶²

(1. 广西工业职业技术学院, 广西南宁 530001;

2. 广西壮族自治区计量检测研究院, 广西南宁 530200)

摘要:为了实现利用最小偏向角法对无定形流体的高精度折射率测量,设计了一种全新的恒温空心三棱镜装置,对该装置的光路和恒温组件进行精确设计,将其应用于测量液体折射率,对测量结果和不确定度进行定量分析。首先,通过对三棱镜光学平面的精确设计和加工,实现对测量光线的精准控制。其次,通过对恒温夹套内空心管路的迂回设计,使测量池内液体的温度波动和温场均匀性满足高精度折射率测量要求。最后,将该装置应用于液体折射率测量,定量分析了各影响因素的测量不确定度。实验结果表明:对于水、异辛烷、四氯乙烯 3 种液体,其折射率测量精度达到 10^{-7} ,测量不确定度可低至 10^{-5} 。实现了用最小偏向角法对液体折射率的高精度测量。

关键词:液体折射率;最小偏向角法;恒温空心三棱镜;不确定度

中图分类号:TP394.1;TH691.9

文献标志码:A

doi:10.37188/CO.2022-0064

Optimization design and test of a high-precision measuring device of liquid refractive index based on the method of minimum deviation angle

FU Xing-li¹, FENG Jie^{2*}, FAN Xiao-hui², PAN Meng-yun², WEI Qiu-ye²

(1. Guangxi Vocational & Technical Institute of industry, Nanning 530001, China;

2. Guangxi Zhuang Autonomous Region Institute of Metrology & Test, Nanning 530200, China)

* Corresponding author, E-mail: 38652808@qq.com

Abstract: For high-precision refractive index measurements of amorphous fluids, the minimum deviation angle method was used to design a novel thermostatic hollow trigonal prism device. The optical path and thermostatic components of the device are precisely designed. The device can be used not only to measure the refractive index of liquids, but also to quantify the measurement results and uncertainties. Firstly, the precise design and machining of the optical plane helps to precisely control the measurement light. Secondly, the tor-

收稿日期:2022-04-08; 修订日期:2022-04-24

基金项目:2020 年度广西中青年教师科研基础能力提升项目(No. 2020KY39006); 2018 年度广西科技计划重点研发项目(No. AB1850039); 广西工业职业技术学院 2019 年院级教科研项目

Supported by 2020 Guangxi Young and Middle-Aged Teachers' Basic Scientific Research Ability Improvement Project (No. 2020KY39006); 2018 Key R & D Project of Guangxi Science and Technology Plan (No. AB1850039); 2019 Scientific Research Project of Guangxi Vocational & Technical Institute of industry

tuous hollow tube inside the thermostatic jacket is designed, which allows temperature fluctuations and uniformity of the liquid to be sufficient for high-precision refractive index measurements. Finally, the device is applied to measure a liquid's refractive index, and the measurement uncertainty of each influence factor is quantitatively analyzed. The experimental results show that the refractive index measurement of three liquids, namely water, isooctane and tetrachloroethylene, could achieve an accuracy of 10^{-7} at 10^{-5} of uncertainty. Thus, the device provides a method for highly-precise measurements of the refractive index of liquids.

Key words: refractive index of liquid; method of minimum deviation angle; thermostatic hollow prism; uncertainty

1 引言

折射率是物质的一种基本物理属性,它反映了物质中微观粒子的性质和数量,对物质性质的研究具有重要的指导意义。例如,在对于光学材料的研究中,折射率是光学薄膜^[1]、光学玻璃^[2]、光学棱镜^[3]等材料的关键指标;在纳米材料研究中,纳米样品的折射率是激光粒度测量^[4]、表面缺陷研究^[5]的重要影响因素。由此可见,折射率的准确测量对物质性质表征至关重要。在折射率测量中,液体介质由于易受到流体性质、温度、溶液组分等因素的影响,要实现高精度测量并不容易。而液体折射率的测量被广泛应用于食品、石化、医药、化工等诸多领域,特别是涉及糖、酒精、食品添加剂含量的测定时,往往需要精准测定液体产品的折射率以进行表征^[6]。所以,高精度的液体折射率测量方法和仪器受到了大家的关注。

液体折射率测量按原理可分为几何光学和波动光学两类。其中,波动光学方法可达到较高的测量精度^[6],日本国家计量院^[7]采用激光干涉法测量液体折射率,能实现 10^{-6} 级别的测量不确定度,Wu 等^[8]采用光学频梳法测量空气折射率获得 10^{-8} 级别的测量不确定度,Meng 等^[9]利用迈克尔逊干涉仪,采用激光锁模方法测量水的折射率,不确定度达到 10^{-5} 。但上述高精度的液体折射率测量存在装置结构复杂、设备成本高、实验条件苛刻等缺点,不适用于常规研究的折射率测量。

目前应用最广泛的液体折射率测量是几何光学原理的方法,以全反射临界角法的阿贝折射仪最为普遍。阿贝折射仪结构简单、易于操作,但测量精度一般只能达到 10^{-4} ,不能满足高精度测量要求。另一种采用最小偏向角法的折射率测定仪,具有更高的测量精度^[10-11],并且能直接溯源至

角度基准,不需要依赖折射率标准参考物,是国际计量委员会认可的基准测量方法。但该方法对测试样品有特殊角度要求,测量无固定角的流体介质时会遇到困难。孙一书等^[12]采用金属框架配合等厚玻璃窗口制成三角棱体液体盛装器皿,应用于最小偏向角法测角仪测量液体折射率,获得了 10^{-6} 测量不确定度,但该器皿只对光程和角度进行了精准加工和误差计算,并没有精确控温,也未定量评价温度对液体折射率的影响。而温度是液体折射率的最大影响因素,因此限制了其在高精度液体折射率测量中的应用。

本文设计了一种全新的恒温空心三棱镜装置,通过恒温管路设计实现了待测液体精准控温,具备优异的角度精度和良好的光学透过率,使待测液体可在低波动、均匀温场条件下实现最小偏向角法的折射率测量,为高精度液体折射率测量提供了新的解决方案。

2 测量原理

最小偏向角法测量折射率原理如图 1 所示,光束从折射率为 n_0 的介质入射到折射率为 n_x 的三棱镜的一侧,经折射后从棱镜另一侧出射。当图中 $\alpha_1=\alpha_2, \beta_1=\beta_2$ 时,偏向角 D 为最小。

此时,各角度关系如下: $\alpha_1=\alpha_2=(A+D)/2, \beta_1=\beta_2=A/2$ 。根据折射定律,待测棱镜的折射率 n_x 为:

$$n_x = \frac{n_0 \sin \alpha_1}{\sin \beta_1} = \frac{n_0 \sin \left(\frac{A+D}{2} \right)}{\sin \frac{A}{2}} \quad (1)$$

由式(1)可知,待测折射率是顶角 A 和最小偏向角 D 的函数,只要测量最小偏向角 D 即可求得待测物的折射率 n_x 。

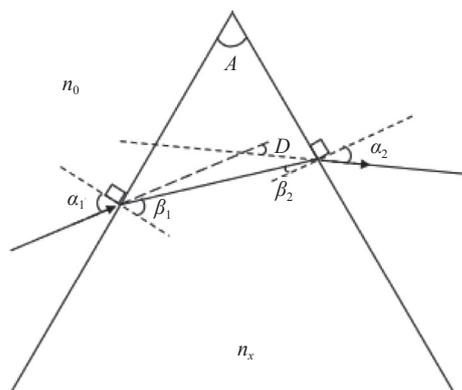


图1 最小偏向角法原理图

Fig. 1 Principle of minimum deviation angle method

3 恒温空心三棱镜装置的设计

最小偏向角法是目前国际上应用最成熟的高准确度液体折射率测量方法,它可溯源到角度基准,但通常只能应用于三棱柱形状固体材料的折射率测量。为将最小偏向角法应用于液体折射率测量,需要研制精确且已知顶角的空心三棱镜,通过精确控温,测量特定温度下的液体折射率。研制了一种新型的带水浴控温的空心三棱镜装置,包括测量池、恒温夹套、温度传感器和控制器等部件(如图2所示)。

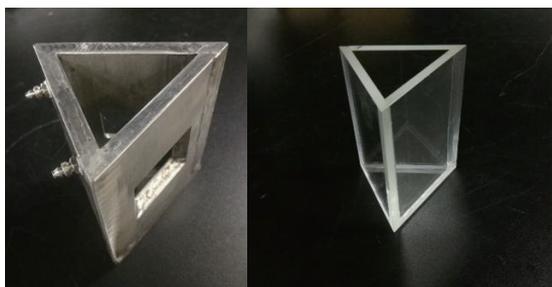


图2 恒温夹套和空心三棱镜实物图

Fig. 2 Physical pictures of thermostatic jacket and hollow prism

恒温空心三棱镜装置的立体示意图如图3所示。测量池和恒温夹套均为空心等腰三棱柱体,等腰三棱柱的顶角设计为55°。测量池嵌套在恒温夹套内,用于盛装待测液体样品。恒温夹套的至少两个侧面上设置有观测窗,使光线通过一个观测窗照射进测量池内的待测液体样品,从另一个观测窗折射出去,控制器根据光线在观测窗的入射角度和出射角度通过测角法获得待测液体样品的折射率,恒温夹套外壁和内壁之间铺设有空

心管路,用于连接循环水浴,温度传感器用于测量恒温夹套和测量池的温度,控制器通过温度传感器测量的温度控制循环水浴中的水在空心管路中的循环,从而控制测量池的温度恒定。

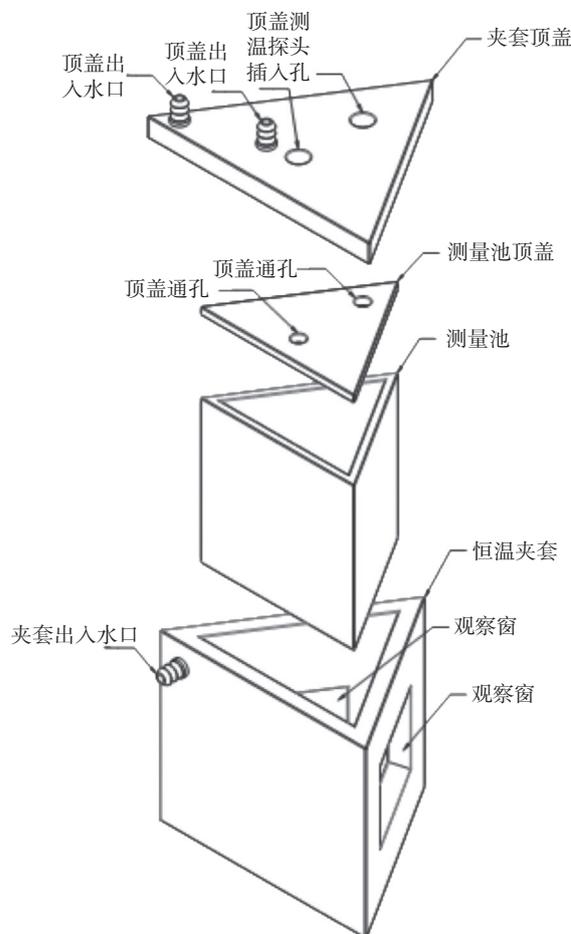


图3 恒温空心三棱镜装置立体示意图

Fig. 3 The stereoscopic model of thermostatic hollow prism

为了提高装置的温度交换性能,降低各个区域的温场差异,恒温夹套和测量池均设置成包括顶盖和筒体的可拆接形式。在测量池和恒温夹套的顶盖上均设置多个通孔,用于插入不同的测温探头,以测量不同区域的温度。此外,恒温夹套内设置有逆流式布置的空心管路,空心管路距离夹套内、外壁的间距相等,并且不同管路也呈间距相等的均匀迂回分布(如图4所示)。测量池采用熔融石英材质制成,恒温夹套采用高导热性金属材料制成。夹套采用金属材料既可以更快、更均匀地进行热交换,金属也更容易进行精确加工,以达到完全贴合测量池的角度与平整度。最后,测量池和恒温夹套之间还填充有导热硅脂。通过恒

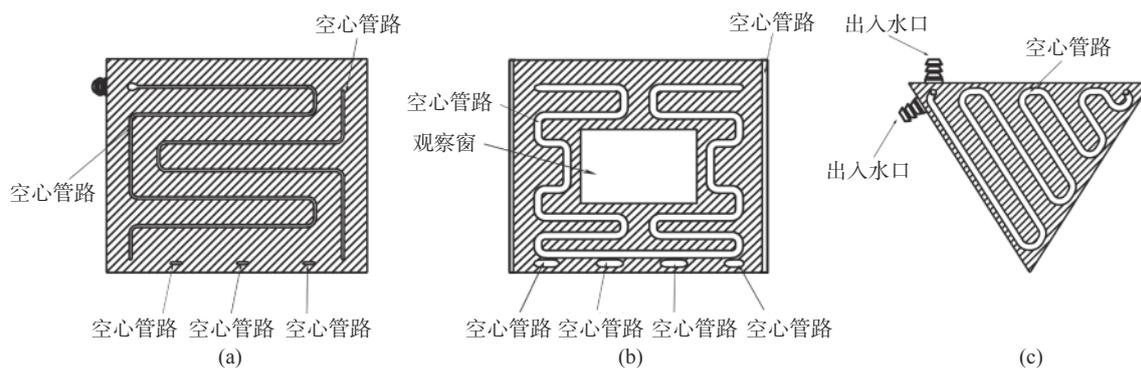


图 4 恒温夹套平面示意图。(a)无测量窗的侧面;(b)有测量窗的侧面;(c)顶面和底面

Fig. 4 The planar graph of thermostatic inner layer. (a) Side without measuring window; (b) side with measuring window; (c) top and bottom

温夹套空心管路的水路设计,进一步减小因循环水浴的温度波动而带来的被测液体温度波动,同时通过改善液体不同区域的温场均匀性,以提高折射率测量精度。

为了保证测量光线能完全通过恒温空心三棱镜装置,做了如下优化设计:(1)恒温夹套的顶角与测量池的顶角相等,均为 55° ,角度误差不超过 $\pm 0.1^\circ$ 。(2)夹套观测窗采用由外向内形成 45°

角的梯台开孔形式,可以在入射和出射光线与观测窗之间夹角不大于 45° 时,仍能保证光线不被遮挡。(3)测量池采用在 $200\sim 1000\text{ nm}$ 光谱透过率高于 80% 且无明显特征吸收的熔融石英材质。(4)测量池经过精密加工,保证其光学平面具有优异的垂直度、内外平行度、光洁度,测量池光学平面检测结果如图 5 所示。

三棱镜器皿					问题原因分析
编号	侧垂(塔差)	单面平行度(重影)	面形(自身干涉条纹)		
好	1面	合格	清晰 3.5" 15 20		图像清晰, 角度合格
	2面	合格	清晰 3.5" 20 25		

图 5 测量池三棱镜器皿加工测试数据

Fig. 5 Processing test data of prism vessels in measuring cell

4 液体折射率测量实验与结果

4.1 实验步骤

最小偏向角法测量液体折射率实验采用的是德国 Trioptics SpectroMaster®高精度手动折射率测量仪。图 6 为测量装置图。此仪器由中国计量科学研究院计量校准做比对测试,测角误差为 $0.5''$,测试数据准确可信。测量波长为钠光特征波长 589.3 nm ,波长准确性小于 0.1 nm ,光源采用具有相应光谱的光谱灯通过窄带滤光片进行筛选。

待测样品为水、异辛烷、四氯乙烯 3 种纯液



图 6 高精度手动折射率测量仪

Fig. 6 High precision manual refractive index measuring instrument

体,按照以下步骤对样品进行折射率测量:

(1)测试实验室为恒温实验室,环境温度控制在目标温度 $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 以内,样品测试前至少恒温 12 h。

(2)恒温空心三棱镜装置被置于样品承载台上,将待测液体样品注入测量池,将测量池、恒温夹套、外部循环水浴按图 3 所示连接好。

(3)打开循环水浴,将测温探头插入测量池,通过监测测温探头反馈的实际温度值,调整恒温循环水浴的设置温度,待样品的温度达到目标温度($\pm 0.03\text{ }^\circ\text{C}$)且稳定时可进行液体折射率测量。

(4)打开高精度手动折射率测量仪进行预热,选择顶角测量程序,按照仪器操作程序测量三棱体的顶角 A 。

(5)调节目镜位置,找到由三棱镜折射的光谱线,按照仪器操作程序测出最小偏向角 D 。

(6)测量角度的同时实时监测样品温度,保证在测量时待测样品温度在目标温度 $\pm 0.03\text{ }^\circ\text{C}$ 范围内;同时记录测量时的环境温度、湿度、大气压强等数据,由 Edlen 公式^[13]计算空气折射率。

(7)由仪器自动根据测量程序计算出折射率测量值。重复上述步骤测量 6 次,得到多组折射率重复测量数据。

4.2 仪器与试剂

实验中使用的其它主要仪器、装置的型号及生产厂家列于表 1。

实验中使用的主要试剂及生产厂家列于表 2。

表 1 实验仪器

Tab. 1 Experimental instruments

名称	型号	厂商
高精度手动折射率测量仪	SpectroMaster®	TRIOPTICS
高精度台式液体折射仪	Abbemat 550	奥地利安东帕公司
手持式参考测温仪	1524	美国福禄克公司
空心三棱镜	/	苏州诺威特测控科技有限公司
数字气压表	370	美国Setra公司
温湿度计	608-H1	德图仪表(深圳)有限公司
恒温水浴	RTS-0AT	湖州唯立仪表厂

表 2 实验试剂

Tab. 2 Experimental reagent

名称	级别或标准号	生产厂家
纯水	电阻值大于18 MΩ	自制
异辛烷	纯度99.8%	阿拉丁
四氯乙烯	纯度≥99%	阿拉丁

4.3 测量结果

4.3.1 不同温度下的液体折射率测量

分别设定目标测量温度为 15, 20, 25 $^\circ\text{C}$, 环境温度控制在目标温度 $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 内,待测样品温度控制在目标温度 $\pm 0.03\text{ }^\circ\text{C}$ 范围内。在不同温度下所测得的液体折射率量值如表 3 所示。

表 3 液体折射率的实验数据与统计学分析

Tab. 3 Experimental data and statistical analysis of liquid refractive index

待测液体	目标温度($^\circ\text{C}$)	1	2	3	4	5	6	平均值 \bar{n}_x	标准偏差S
水	15.00	1.3333632	1.3333648	1.3333695	1.3333654	1.3333665	1.3333647	1.3333657	2.16×10^{-6}
	20.00	1.3329905	1.3329922	1.3329929	1.3329924	1.3329916	1.3329918	1.3329919	8.25×10^{-7}
	25.00	1.3325078	1.3325084	1.3325059	1.3325063	1.3325068	1.3325080	1.3325072	1.01×10^{-6}
异辛烷	15.00	1.3939165	1.3939148	1.3939190	1.3939154	1.3939136	1.3939173	1.3939161	1.92×10^{-6}
	20.00	1.3914694	1.3914681	1.3914691	1.3914691	1.3914695	1.3914681	1.3914689	6.27×10^{-7}
	25.00	1.3890532	1.3890495	1.3890541	1.3890508	1.3890477	1.3890510	1.3890511	2.35×10^{-6}
四氯乙烯	15.00	1.5084995	1.5085050	1.5085023	1.5084986	1.5084993	1.5085052	1.5085017	2.96×10^{-6}
	20.00	1.5057895	1.5057887	1.5057908	1.5057941	1.5057903	1.5057909	1.5057907	1.86×10^{-6}
	25.00	1.5031255	1.5031256	1.5031264	1.5031251	1.5031268	1.5031262	1.5031259	6.38×10^{-7}

从表 3 可知,在 15~25 $^\circ\text{C}$ 范围内,对于 3 种待测液体,最小偏向角法的测量折射率能达到

10^{-7} 的精度。由于使用了恒温装置控温,使测量在非常恒定的条件下进行,因此测量重复性也达

到 10^{-6} 至 10^{-7} 水平。

4.3.2 两种不同原理的液体折射率测量

为了验证最小偏向角法测量液体折射率的准确性,使用全反射角法原理的高精度台式液体折射仪在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下对待测液体进行复测,每种液体测量 6 次,每种液体测量前均用德国联邦物理技术研究院 Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) 研制的液体折射率标准物质(证书号: 2380PTB 19、1659 PTB 14、1890 PTB 16)对仪器进行校准修正,使其测量值具有溯源性。两种不同原理的比较测量结果列于表 4。

从表 4 可知,在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下,两种不同原理的液体折射率测量偏差小于 2×10^{-6} 。由于阿贝折射仪测量值溯源到 PTB 标准物质,由此验证了最小偏向角法测量值也具有很高的准确性。

表 4 两种不同原理的测量结果

Tab. 4 Comparative results of two different principles

待测液体	最小偏向角法 测量平均值	全反射角法 测量平均值	折射率 测量偏差
水	1.332 991 9	1.332 993	-1.1×10^{-6}
异辛烷	1.391 468 9	1.391 467	1.9×10^{-6}
四氯乙烯	1.505 790 7	1.505 790	7.0×10^{-7}

4.3.3 环境温度下的液体折射率测量

为了验证精确控温对液体折射率测量的重要性,在环境温度为 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,将恒温循环水浴关闭,此时空心三棱镜装置未处于水浴控温状态,待测液体温度随环境温度波动而变化,即: $(20\pm 1)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。在此条件下测得液体折射率如表 5 所示。

表 5 环境温度下的液体折射率

Tab. 5 Refractive indices of liquid at ambient temperature

测温($^{\circ}\text{C}$)	18.97	19.75	19.92	19.99	20.02
水	1.333 069 1	1.333 012 1	1.332 995 3	1.332 993 2	1.332 989 6
(20 \pm 1) $^{\circ}\text{C}$ 时,水折射率随温度变化系数: $-7.6\times 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$					
测温($^{\circ}\text{C}$)	20.04	20.14	20.32	20.40	20.77
异辛烷	1.391 489 5	1.391 398 4	1.391 307 5	1.391 261 6	1.391 031 4
(20 \pm 1) $^{\circ}\text{C}$ 时,异辛烷折射率随温度变化系数: $-6.1\times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$					
测温($^{\circ}\text{C}$)	19.20	19.31	19.90	19.98	20.08
四氯乙烯	1.506 240 4	1.506 219 3	1.505 850 9	1.505 800 2	1.505 754 4
(20 \pm 1) $^{\circ}\text{C}$ 时,四氯乙烯折射率随温度变化系数: $-5.8\times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$					

将 3 种待测液体在 $(20\pm 1)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的环境温度下的折射率进行线性拟合,计算的折射率变化系数达到 $-6\times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$,远远达不到高精度测量的要求。由此,说明了通过恒温三棱镜进行精确控温的重要性。

5 测量不确定度分析

由公式(1)得知,待测液体的折射率 n_x 主要受到空气折射率 n_0 ,顶角 A 和最小偏向角 D 的影响,此外还受到温度测量的影响。根据各项实验参数和测角数据,分别计算了 3 种待测液体的折射率不确定度。

5.1 空气折射率的影响

空气折射率与环境温度、湿度、压强有关,计算公式为 Edlen 公式^[13],试验过程中,压强波

动范围为: $1007.61\sim 1022.72\text{ hPa}$,温度波动范围为: $19\sim 25.6\text{ }^{\circ}\text{C}$,湿度变化范围为: $34\%\sim 73\%\text{RH}$,经过计算,试验过程中空气折射率变化范围为: $1.000\ 268\ 029\sim 1.000\ 273\ 377$ 。取均匀分布,空气折射率的不确定度为: $u(n_0) = (1.000\ 273\ 377 - 1.000\ 268\ 029) / \sqrt{3} = 3.46\times 10^{-6}$ 。由此计算空气折射率对待测液体折射率引入的不确定度 u_1 如表 6 所示。

表 6 空气折射率引入的标准不确定度分量

Tab. 6 Standard uncertainty introduced by air refractive index

待测液体	$u(n_0)$	n_x	u_1
水	3.46×10^{-6}	1.332 993 2	4.62×10^{-6}
异辛烷	3.46×10^{-6}	1.391 472 7	4.82×10^{-6}
四氯乙烯	3.46×10^{-6}	1.505 800 2	5.22×10^{-6}

5.2 温度的影响

由 PTB 发布的折射率标准物质证书^[14]得知, 液体折射率与温度之间存在以下关系: $n_x = n_{(20)} + a \times (t - 20) + b \times (t - 20)^2$ 。则影响折射率的温度系数 c_t 为: $c_t = \frac{\partial n_x}{\partial t} = a + b \times (t - 20)$ 。温度波动 Δt 取均匀分布, 则温度引入的不确定度为: $u_2 = c_t \times \Delta t / \sqrt{3}$ 。实验中, 通过手持式参考测温仪持续监测空心三棱镜内液体的温度波动(温度设定在 20.00 °C), 最大的温度波动 $\Delta t = 0.03$ °C。在 (20±1) °C 范围内对每一种液体做了 n_x-t 工作曲线, 计算得到各液体的测温常数 a, b 值, 最后计算测温误差引入的不确定度 u_2 列于表 7。

表 7 测温误差引入的标准不确定度

Tab. 7 Standard uncertainty introduced by temperature measurement error

待测液体	a	b	c_t	u_2
水	-8.11×10^{-5}	-3.63×10^{-6}	-8.11×10^{-5}	-1.40×10^{-6}
异辛烷	-4.84×10^{-4}	-4.72×10^{-6}	-4.84×10^{-4}	-8.39×10^{-6}
四氯乙烯	-5.48×10^{-4}	1.25×10^{-4}	-5.48×10^{-4}	-9.49×10^{-6}

5.3 测角误差的影响

由仪器证书可知, 高精度手动折射率测量仪角度测量精度为 ±0.5", 取均匀分布, 则角度测量的标准不确定度为:

$$u_{\text{rad}} = \frac{0.5''}{\sqrt{3}} = 0.29'' = 1.41 \times 10^{-6} \text{ rad}$$

3 种待测液体折射率测量的角度数据列于表 8。

表 8 顶角及最小偏向角实验数据

Tab. 8 Experimental data of vertex angle and minimum deviation angle

待测液体	顶角 A	最小偏向角 D	n_x
水	54.99965°	20.97748°	1.3329932
异辛烷	54.99972°	24.95978°	1.3914727
四氯乙烯	54.99970°	33.10221°	1.5058002

测角误差引入的不确定度:

$$u_3 = \sqrt{\left(\frac{\partial n_x}{\partial A}\right)^2 + \left(\frac{\partial n_x}{\partial D}\right)^2} \times u_{\text{rad}}$$

由公式(1)分别计算得 3 种液体的顶角 A 和

最小偏向角 D 的灵敏系数, 最后得到测角误差引入的不确定度 u_3 如表 9 所示。

表 9 角度测量误差引入的标准不确定度分量

Tab. 9 Standard uncertainty introduced by angle measurement error

待测液体	u_{rad}	$\frac{\partial n_x}{\partial A}$	$\frac{\partial n_x}{\partial D}$	u_3
水	1.41×10^{-6}	4.27	1.71	6.46×10^{-6}
异辛烷	1.41×10^{-6}	4.33	1.66	6.52×10^{-6}
四氯乙烯	1.41×10^{-6}	4.45	1.56	6.63×10^{-6}

5.4 合成不确定度

由重复性、空气折射率、温度、测角误差引入的 4 个不确定度分量分别合成 3 种液体折射率测量不确定度, 计算公式为:

$$u(n_x) = \sqrt{u_s^2 + \sum_{i=1}^3 u_i^2}$$

其中重复性引入的不确定度分量为 $u_s = s / \sqrt{6}$ 。各不确定度分量及合成不确定度列于表 10。

表 10 不确定度分量及合成不确定度

Tab. 10 Uncertainty component and combined uncertainty

待测液体	u_s	u_1	u_2	u_3	$u(n_x)$
水	3.37×10^{-7}	4.62×10^{-6}	-1.40×10^{-6}	6.46×10^{-6}	8.1×10^{-6}
异辛烷	2.56×10^{-7}	4.82×10^{-6}	-8.39×10^{-6}	6.52×10^{-6}	1.2×10^{-5}
四氯乙烯	7.59×10^{-7}	5.22×10^{-6}	-9.48×10^{-6}	6.63×10^{-6}	1.3×10^{-5}

6 结 论

本文设计的恒温空心三棱镜装置, 应用于最小偏向角法测量液体折射率, 实现了液体控温, 精度达到 (20±0.03) °C, 测量折射率范围在 1.333 0~1.505 8 的 3 种液体, 测量精度和重复性均达到 10^{-7} 水平, 测量不确定度最大为 1.3×10^{-5} 。通过实验发现, 对于有机液体而言, 温度是液体折射率最重要的影响因素, 0.03 °C 的温度波动对 20 °C 下折射率的测量不确定度贡献达 70%。因此, 使用优化设计的恒温空心三棱镜装置, 能为最小偏向角法的液体折射率测量提供精准的控温和角度测量条件, 解决了高精度液体折射率测试问题。

参考文献:

- [1] 唐云辉. 高折射率光学树脂的分子设计、合成及应用研究[D]. 北京: 北京化工大学, 2019.
TANG Y H. Molecular design, synthesis and application of high refractive index optical resin[D]. Beijing: Beijing University of Chemical Technology, 2019. (in Chinese)
- [2] 任明阳, 王立忠, 付白强, 等. 高温数字图像相关法变形测量中玻璃介质误差校正[J]. *中国光学*, 2022, 15(2): 327-338.
REN M Y, WANG L ZH, FU B Q, *et al.*. Error correction of glass mediums in high-temperature digital image correlation deformation measurement[J]. *Chinese Optics*, 2022, 15(2): 327-338. (in Chinese)
- [3] 张佳伦, 郑玉权, 蔺超, 等. 消像散的自由曲面棱镜光谱仪光学系统设计[J]. *中国光学*, 2020, 13(4): 842-851.
ZHANG J L, ZHENG Y Q, LIN CH, *et al.*. Design of a freeform curved prism imaging spectrometer based on an anastigmatism[J]. *Chinese Optics*, 2020, 13(4): 842-851. (in Chinese)
- [4] 张国强, 赵鸣, 张丽娟, 等. 激光粒度测试结果影响因素分析[J]. *中国测试*, 2017, 43(3): 24-29.
ZHANG G Q, ZHAO M, ZHANG L J, *et al.*. Analysis of influencing factors on laser particle size measurement[J]. *China Measurement & Test*, 2017, 43(3): 24-29. (in Chinese)
- [5] 高萍萍, 陆敏, 王治乐, 等. 表面纳米粒子缺陷的偏振散射特性区分[J]. *中国光学*, 2020, 13(5): 975-987.
GAO P P, LU M, WANG ZH L, *et al.*. Differentiation of polarization scattering characteristics of surface nanoparticle defects[J]. *Chinese Optics*, 2020, 13(5): 975-987. (in Chinese)
- [6] 韦秋叶, 范晓辉. 液体折射率的测量方法研究进展[J]. *计量科学与技术*, 2022, 66(1): 14-18.
WEI Q Y, FAN X H. Review of methods for measuring liquid refractive index[J]. *Metrology Science and Technology*, 2022, 66(1): 14-18. (in Chinese)
- [7] HIRAI A, HORI Y, MINOSHIMA K, *et al.*. A bilateral comparison of optical glass refractive index between NMIJ and INRiM for the validation of the measuring systems[J]. *Metrologia*, 2012, 49(3): 283-288.
- [8] WU G H, ARAI K, TAKAHASHI M, *et al.*. High-accuracy correction of air refractive index by using two-color heterodyne interferometry of optical frequency combs[J]. *Measurement Science and Technology*, 2013, 24(1): 015203.
- [9] MENG ZH P, ZHAI X Y, WEI J G, *et al.*. Absolute measurement of the refractive index of water by a Mode-Locked laser at 518 nm[J]. *Sensors*, 2018, 18(4): 1143.
- [10] 陈余行, 马振斌. 最小偏向角法测量NaCl溶液浓度与折射率[J]. *实验科学与技术*, 2010, 8(6): 16-17,112.
CHEN Y X, MA ZH B. Research on the refractive index of NaCl solution by minimum angle of deviation[J]. *Experiment Science and Technology*, 2010, 8(6): 16-17,112. (in Chinese)
- [11] 杨春章, 薄晓红. 最小偏向角法测量光学玻璃的折射率[J]. *计量技术*, 1991(2): 12-13,45.
YANG CH ZH, BO X H. Measurement of refractive index of optical glass by minimum deflection angle method[J]. *Metrology Technology*, 1991(2): 12-13,45. (in Chinese)
- [12] 孙一书, 陈怡, 韩冰, 等. 应用最小偏向角法的液体折射率精密测试[J]. *中国光学*, 2019, 12(4): 826-832.
SUN Y SH, CHEN Y, HAN B, *et al.*. Precision test technology of liquid refractive index using the method of minimum deviation angle[J]. *Chinese Optics*, 2019, 12(4): 826-832. (in Chinese)
- [13] MILLIARD R C, SEAVER G. An index of refraction algorithm for seawater over temperature, pressure, salinity, density, and wavelength[J]. *Deep Sea Research Part A. Oceanographic Research Papers*, 1990, 37(12): 1909-1926.
- [14] Physikalisch-Technische Bundesanstalt. Calibration certificate: 1659 PTB 14[S]. 2014.

作者简介:



付兴丽(1984—), 女, 四川简阳人, 硕士研究生, 2010年于四川大学获得理学硕士学位, 主要从事有机化学、化学化工等方面研究。E-mail: 327551158@qq.com



冯杰(1985—), 男, 广西南宁人, 博士, 高级工程师, 2012年于四川大学获得理学博士学位, 主要从事光学计量、化学计量等方面的研究。E-mail: 38652808@qq.com