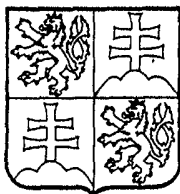


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

271 778

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
G 01 N 21/41

(21) PV 264-88.Y

(22) Přihlášeno 14 01 88

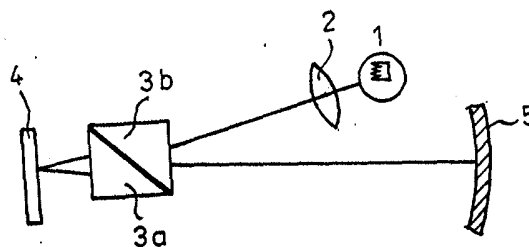
(40) Zveřejněno 14 03 90

(45) Vydáno 16 09 91

(75) Autor vynálezu MINÁRIK MILAN ing. CSc.,
MINÁRIK MAREK, PRAHA

(54) Způsob měření indexu lomu kapalin a zaří-
zení k provádění tohoto způsobu

(57) Způsob měření indexu lomu kapalin v průtočném diferenciálním refraktometru pro kapalinovou chromatografii spočívající v tom, že vychýlení osy světelného paprsku se určuje z rozložení světelných intenzit na jednotlivých fotodiódách diode-array detektoru tvořeného polem miniaturních fotodiód umístěných vedle sebe. Zařízení k měření indexu lomu kapalin sestává z diferenciálního průtočného refraktometru pro kapalinovou chromatografii reflexního nebo výchylkového konstrukčního typu spočívající v tom, že v optické dráze světelného paprsku je za celou umístěn plošný senzor s polem miniaturních fotodiód, přičemž rovina vychýlení paprsku je kolmá k rovině plošného senzoru a protíná všechny diody senzoru. Způsob a zařízení podle vynálezu slouží jako detektor při kapalinové chromatografii a umožňuje automatickou analýzu při měření složení mobilní fáze.



Vynález se týká způsobu měření indexu lomu kapalin a zařízení k provádění způsobu.

Použití refraktometrického detektoru v kapalinové chromatografii má řadu omezení, pro které je tento typ detekce aplikován jen v případech, kdy ostatní detekční možnosti jsou neúčinné. K hlavním nevýhodám refraktometrického detektoru patří malý dynamický rozsah, ve kterém lze vlastní měření uskutečnit. Konstrukční princip většiny typů současných refraktometrických detektorů je analogický a spočívá ve vychylování světelného paprsku lomem nebo odrazem při průchodu kyvetou s měřeným roztokem. U výhylkových refraktometrů prochází paprsek následně referenční kyvetou, kde se lom paprsku částečně kompenzuje, takže výsledné vychýlení směru paprsku je převážně závislé na rozdílu indexu lomu Δn v měrné a referenční kyvetě. Protože však výsledná výhylka paprsku je závislá také na absolutní hodnotě indexu lomu n vztahem $\frac{\Delta n}{n}$, nestačí při změně mobilní fáze propláchnout obě kyvety touto kapalinou, ale je potřeba také adjustovat světelný paprsek pomocí vychylovací destičky do původní nulové polohy. Tento krok není u současných refraktometrů automatizován a znemožňuje použití tohoto detektoru v sekvencích automatických analýz prováděných bez přítomnosti operátora.

Výhylka paprsku po průchodu kyvetami se detekuje dvojicí fotodiód, zapojených proti sobě a pokud paprsek dopadá symetricky na obě diody, je výsledný signál nulový. Při vychýlení paprsku z této centrální polohy se osvětlí více jedna z diód a signál vykazuje pozitivní nebo negativní hodnotu. Jestliže následkem vysoké difference indexu lomu v obou kyvetách se paprsek vychýlí mimo fotodiody, stane se detektor inaktivní a je třeba pomocí vychylovací destičky odklonit paprsek zpět do blízkosti nulové polohy.

Podstatou vynálezu je způsob měření indexu lomu kapalin v průtočném diferenciálním refraktometru pro kapalinovou chromatografii, při kterém se měřená kapalina přivádí do kyvety, do níž se současně uvádí světelný paprsek, který se v závislosti na indexu lomu kapaliny odklání od původního směru, spočívající v tom, že takto odkloněný paprsek se vede na mnohakanálový detektor tvořený řadou miniaturních fotodiód. K uvedenému způsobu slouží zařízení na měření indexu lomu diferenciálním způsobem v protékajících kapalinách, konstrukčně provedené jako výhylkový refraktometr nebo Fresnelův refraktometr, v němž je v optické dráze světelného paprsku za celou umístěn plošný senzor s polem miniaturních fotodiód, a to tak, že rovina vychýlení paprsku je kolmá k rovině plošného senzoru a prochází všemi diodami. K podstatě vynálezu také patří uvedené zařízení, ve kterém je prostor optické dráhy refraktometru vyplněn kapalinou, např. glycerínem nebo tuhou látkou, např. syntetickou pryskyřicí.

Navrhovaná konstrukční změna ve způsobu detekce odklonu paprsku z původní osy odstraňuje shora citované nevýhody a současně otevírá možnosti pro řadu zjednodušení a zdokonalení ve sféře mechanické i výpočetní. Použitím tzv. "diode-array detektoru", tj. plošného senzoru tvořeného řadou miniaturních fotodiód v počtu 200 až 512 namísto dosud používané dvojice oddělených diód, umístěného přímo do osy paprsku bez pomocných optických členů, získáme možnost souřadnicového určení vektoru paprsku v celém pracovním rozsahu refraktometru. Z optické dráhy zmizí mechanické prvky, čímž se zvýší přesnost a reprodukovatelnost měření. Nový způsob určení výhylky paprsku přináší zpřesnění a tím zvýšení citlivosti refraktometru, neboť k dosavadnímu porovnávání dvou intenzit ve dvou fixních bodech, se při navrhovaném způsobu přidá další parametr, kterým je souřadnice diody a obě tyto veličiny ve vzájemné kombinaci po zpracování mikroprocesorem poskytují dokonalejší popis systému. Odstraněním mechanických prvků se otevírá možnost umístění celé optiky do hmoty v určitém směru vhodnější než vzduch.

Princip měření refraktometrického detektoru s diodovým polem podle vynálezu je znázorněn na výkresu, kde je zdroj světla 1, který je nasměrován přes čočku 2 na měrnou celou 3b umístěnou vedle referenční cely 3a. Za těmito celami je umístěno zrcadlo 4 a před nimi je plošný senzor s diodovým polem 5.

Způsob a zařízení podle vynálezu slouží jako detektor při kapalinové chromatografii a umožňuje automatickou analýzu při měření složení mobilní fáze.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1.

Způsob měření indexu lomu kapalin v průtočném diferenciálním refraktometru pro kapalinovou chromatografii, při kterém se měřená kapalina přivádí do kyvety, do níž se současně uvádí světelný paprsek, který se v závislosti na indexu lomu kapaliny odklání od původního směru, vyznačený tím, že takto odkloněný paprsek se vede na mnohakanálový detektor tvořený řadou miniaturních fotodiod.

2.

Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, skládající se z diferenciálního průtočného refraktometru pro kapalinovou chromatografii reflexního nebo výchylkového konstrukčního typu, vyznačené tím, že v optické dráze světelného paprsku je za celou (3) umístěn plošný senzor (5) s polem miniaturních fotodiod, přičemž rovina vychýlení paprsku je kolmá k rovině plošného senzoru (5) a protíná všechny diody senzoru (5).

3.

Zařízení podle bodu 2, vyznačené tím, že prostor optické dráhy refraktometru je vyplněn kapalinou, např. glycerinem nebo tuhou látkou, např. pryskyřicí.

1 výkres

CS 271778 B1

