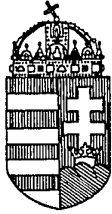


(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

206 771 B

(21) A bejelentés száma: 6712/88
(22) A bejelentés napja: 1988. 10. 20.
(30) Elsőbbségi adatok:
115 023 1987. 10. 29. US
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/US 88/03683
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 89/03986

(51) Int. Cl.⁵

G 01 N 21/31

(40) A közzététel napja: 1990. 11. 28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1992. 12. 28. SZKV 92/12

(72) Feltaláló:

Giebeler, Robert, Cupertino, Kalifornia (US)

(73) Szabadalmas:

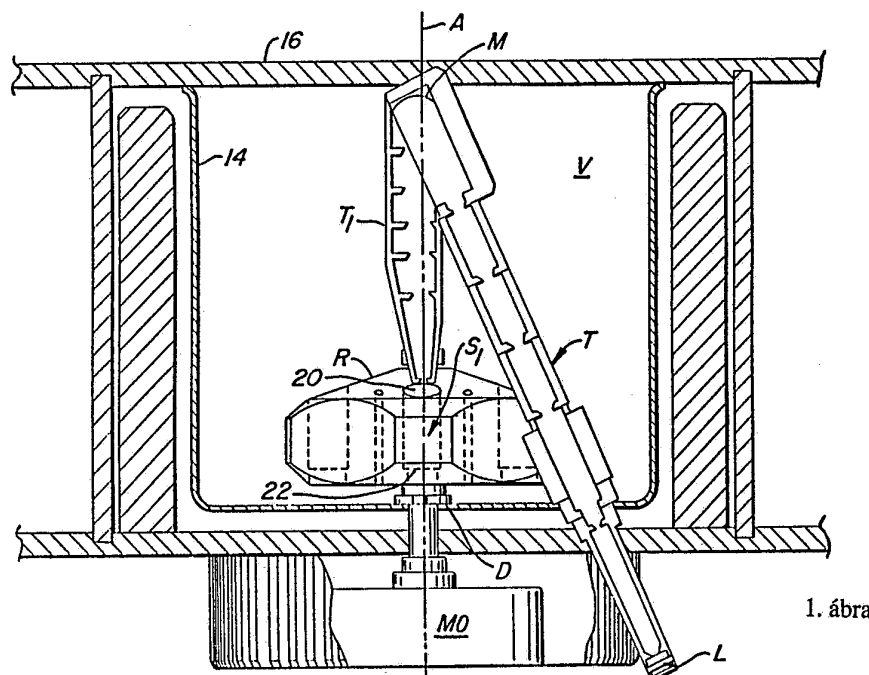
Beckman Instruments Inc.,
Fullerton, Kalifornia (US)

(54) **Eljárás és elrendezés forgó centrifugában elhelyezett minta rétegeztségének optikai úton történő meghatározására, és elrendezés centrifugálással kialakított rétegeztséggel rendelkező minta osztályozására**

(57) KIVONAT

A forgó centrifugában elhelyezett minta rétegeztségének optikai úton történő meghatározására szolgáló eljárás során fénysugarakat bocsátunk a mintára úgy, hogy a fényforrás (L) által kibocsátott fényt két különböző irányú, egymást metsző görbületes sugarakkal

rendelkező görbülettel ellátott toroid tükör (M) egyik görbületének felhasználásával a forgórész (R) forgástengelyével és a kialakult rétegeztség irányával párhuzamosan kollimáljuk, a toroid tükröt (M) másik görbülete szempontjából úgy állítjuk be, hogy a fényt



1. ábra

A leírás terjedelme: 10 oldal (ezen belül 4 lap ábra)

HU 206 771 B

a másik görbület felhasználásával kromatikus összetevőkre bontjuk, és a toroid tükröt (M) első görbülete szempontjából a mintára beeső fény kollimációjának és kiválasztott hullámhosszának megfelelően forgatjuk. A mintán a cella (S_1) ablakain keresztül áthaladt fényt detektáljuk, aminek alapján a mintán belüli rétegeztséget meghatározzuk. Az eljárás fogantatására szolgáló berendezésnek két különböző irányú görbülettel rendelkező toroid tükre (M) van, amely egyik görbüle-

tével a fényforrás (L) által kibocsátott fénysugarakat a minta és a forgórész (R) forgástengelye (A) által meghatározott síkban a forgástengellyel (A) párhuzamosan kollimáló helyzetben van elrendezve, másik görbületével a fénysugarakat különböző hullámhosszú összetevőkre kromatikus szétválasztó, szabályozható szöghelyzetben van beállítva, és a tükröt (M) az első görbület görbületi sugara körül forgató eszközzel van ellátva.

A találmány tárgya forgó centrifugában, előnyösen nagy fordulatszámú ultracentrifugában elhelyezett minta centrifugálás következtében kialakult rétegeztségeinek optikai úton történő dinamikus vizsgálatára és meghatározására alkalmas eljárás és elrendezés, továbbá elrendezés centrifugálással kialakított rétegeztséggel rendelkező minta osztályozására.

Ismert módszerek szerint a nagy fordulatszámú centrifuga forgórészében a vizsgált minta számára célul alakítanak ki, és a cellában elhelyezett minta rétegeztséget a centrifugálás folyamata közben igyekeznek vizsgálni. Optikai letapogatással történő vizsgálat esetén kollimált fénysugarakat bocsátanak a mintára, és a mintán, valamint a cella ablakain áthaladt fénysugarakat fotodetektorral érzékelik. Ennek során a leképező rendszer refókuszál, a mintát egy letapogató rés síkjára képezi le. A fény egy interferencia-szűrőn áthaladva kerül a letapogató részbe. A fotodetektor közvetlenül a letapogató részhez illesztve helyezkedik el, és lehetővé teszi a rétegezési sávok centrifugálás közben történő dinamikus detektálását.

Ugyancsak ismert a fénysugarak forgórész sugarával párhuzamos síkban való kollimálásának módszere, amely a mintára bocsátott fény intenzitása növelhető, és ezáltal a minta rétegeztsége jobban láthatóvá válik.

Korszerű centrifugák alkalmazása esetén jelentkezik az az igény, hogy a mintában kialakuló rétegeztséget a centrifuga működése közben vizsgálják. A vizsgált minták általában nem átlátszóak, ezért hatékony megvilágító sugárzást kell alkalmazni. Felmerül az igény továbbá a monokromatikus fénysugarak, valamint a monokromatikus fénysugarak frekvenciájának változtatása segítségével történő letapogatás útján végzett vizsgálatokra. Arról van szó tehát, hogy adott esetben a minta vizsgálatához alkalmazott letapogató fénysugarak hullámhosszának változtatása kívánatos. A vizsgálatot a forgó centrifugában elhelyezett mintán kell elvégezni, ahol a centrifuga forgórészének fordulatszáma 100 000 fordulat/perc nagyságrendű lehet.

A CH-647 598 lajstromszámú svájci szabadalmi leírás spektrálanalízis céljára kialakított fénymérő elrendezést ismertet. Az elrendezés elektromágneses sugárzásforrást, forgatható eltérítőeszközt és kromatikus szétválasztóeszközt foglal magában. A mintán áthalolt sugarakat a mintát tartalmazó küvetta mögött elhelyezett detektorral érzékelik. Az eltérítő eszköz (monokromátor) konkáv tükröfelületként van kialakítva.

Az US-3 712 742 lajstromszámú szabadalmi leírásból fotoelektromos érzékelővel ellátott analitikai cent-

rifuga ismerhető meg. Az optikai elrendezés fénysugarforrást, lencsét, rögzített helyzetű sík tükröket, fotoerősítőt, továbbá motorral forgatható korongon elrendezett fényforrást és fotodetektort foglal magában.

Az US-3 652 860 lajstromszámú szabadalom tárgya sugárzásérzékelő analitikai centrifuga, amelynek optikai fényeltérítő eszköze gömbszelet-felületű tükrök, amelynek forgatásával és szöghelyzet-beállításával a fénysugár a vizsgált mintára irányítható. A minta a forgórészen elrendezett cellában van elhelyezve, amely a fénysugarakat áteresztő ablakkal rendelkezik.

Az US-3 973 850 lajstromszámú US szabadalmi bejelentés konkáv, reflektáló holografikus rácsoszból kialakított monokromátorra és annak előállítására vonatkozik. A leírás kitanítást nyújt toroid fényeltérítő felülettel történő fókuszálásra és kromatikus szétválasztásra. A fényeltérítő rácsoszból forgatható.

A tapasztalatok azt mutatják, hogy az ismert optikai letapogató módszerek bizonyos minták vizsgálatához nem eléggé érzékenyek és pontosak, továbbá meglehetősen bonyolultak, nem biztosítanak kielégítő térbeli felbontást, nem alkalmazhatók olyan esetekben, ahol a mintában viszonylag nagy törési gradiens alakul ki, és nem biztosítható 200 nm alsó mérethatárig terjedő érzékenység.

A találmánnyal célunk a fenti hiányosságok kiküszöbölése, olyan megoldás kidolgozása, amely jelentősebb többlet energiaráfordítás nélkül a vizsgálathoz alkalmazott letapogató fénysugarak intenzitásának növelését eredményezi, lehetővé teszi a letapogató fénysugarak hullámhosszának egyszerű változtatását, és viszonylag egyszerű elrendezés segítségével, alacsony ráfordítással megvalósítható.

A kitűzött feladat megoldására kidolgozott eljárás szerint a mintát centrifuga forgórészében, a centrifugális erőhatás következtében a mintában kialakult rétegeztségek irányával párhuzamos fényáthaladást biztosító ablakkal ellátott cellában helyezük el, fényforrás segítségével fénysugarakat bocsátunk a mintára, és a cellán, annak ablakain keresztül áthaladt fényt detektáljuk, aminek alapján a mintán belüli rétegeztséget meghatározzuk. A találmány szerint a fényforrás által kibocsátott fényt két különböző irányú, egymást metsző görbületi sugarakkal rendelkező görbülettel ellátott toroid tükrök egyik görbületének felhasználásával a forgórész forgástengelyével és a kialakult rétegeztségek irányával párhuzamosan kollimáljuk, a toroid tükröt másik görbülete szempontjából úgy állítjuk be, hogy a fényt a másik görbület felhasználásával kromatikus

összetevőkre bontjuk, és a toroid tükröt első görbülete szempontjából a mintára beeső fény kollimációjának és kiválasztott hullámhosszának megfelelően forgatjuk.

A találmány szerinti eljárás lényege tehát, hogy a fényforrás által kibocsátott fénysugarakat egyetlen síkban, nevezetesen a centrifuga forgórészének forgástengelye és a minta által meghatározott síkban kollimáljuk, és a kollimált fénysugarakat kromatikusan szűrve bocsátjuk a mintára. A letapogató fénysugarak egy síkban való párhuzamosítását és a kollimált fénysugarak kromatikus bontását két különböző irányú görbülettel rendelkező toroid tükrökkel végezzük. A toroid tükrök egyik – hengeres – görbülete a fénysugarak kollimálását biztosítja, míg a toroid tükrök másik görbületére vonatkoztatott szöghelyzetbeállítással a fénysugarak kromatikus bontása érhető el. A minta és a forgórész forgástengelye által meghatározott „mintasíkra” merőleges síkban tehát a letapogató fénysugarak nem kollimáltak, viszont kromatikusan szűrték.

A letapogató fénysugarak detektálását a mintát befogadó cella alatt elrendezett, a mintasíkra merőleges helyzetű fotodetektorral detektáljuk, amelynek viszonylagos helyzete a mintához képest előre-hátra mozgatható.

A cellán és a mintán a letapogató fénysugarak mintegy 5 nm szélességű sávban haladnak át. A cellán áthaladó letapogató fénysugarakat a fényérzékelő detektor érzékeli és pontos képet ad a cellán belül elhelyezett mintában a centrifugálás közben kialakuló rétegzettségéről.

A találmány szerinti elrendezésnek, az eljárással összhangban fényforrása, a mintát befogadó cellája és letapogató fénysugarakat detektáló fényérzékelő detektora van, ahol a cella a centrifuga forgórészében van kialakítva, és a centrifugális erőhatás következtében a mintában kialakult rétegzettséggel párhuzamos letapogató fénysugarakat a cellán áteresztő elrendezésű ablakokkal van ellátva azáltal, hogy két különböző irányú görbülettel rendelkező toroid tükre van, amely egyik görbületével a fényforrás által kibocsátott fénysugarakat a minta és a forgórész forgástengelye által meghatározott síkban a forgástengellyel párhuzamosan kollimáló helyzetben van elrendezve, másik görbületével a fénysugarakat különböző hullámhosszú összetevőkre kromatikusan szétválasztó, szabályozható szöghelyzetben van beállítva, és a tükröt az első görbület görbületi sugara körül forgató eszközzel van ellátva.

A centrifugálással kialakított rétegzettséggel rendelkező minta osztályozására szolgáló találmány szerinti elrendezés olyan fényterelő eszközt foglal magában, amelynek – a fentiekhez hasonlóan – toroid tükre van, amely két különböző irányú görbülettel rendelkezik, a toroid tükrök első görbületével a fényforrás fényét a minta és a forgórész forgástengelye által meghatározott síkban a rétegzettség irányával párhuzamosan kollimáló, második görbületével a fényt kromatikus összetevőkre szétválasztó kialakítású, és első görbületének görbületi sugarához képest forgatást biztosító forgatóeszköze van.

A találmány szerinti elrendezésekben fényforrás-

ként előnyösen mintegy 1 mm vagy kisebb átmérőjű résen átbocsátott, periodikusan megszakított pontszerű stroboszkóp-fényforrást használunk. A stroboszkóp-fényforrás teljesítménye célszerűen 20 000 W nagyságrendű. A kibocsátott fénysugár toroid görbületű konkáv tükrök diffrakciós rácsán verődik vissza, amely az elrendezésben a minta fölött helyezkedik el.

A toroid tükrök diffrakciós rácsa a mintasíokban hengeres görbületű szakasszal rendelkezik. A toroid tükrök – a tükröként működő diffrakciós rács – tehát a mintasíokban, vagyis a centrifuga forgórészében forgatott mintán belül kialakuló rétegződési síkokra merőleges síkban – fejt ki kollimáló hatását.

A toroid tükrök hengeres görbülete olyan, hogy a diffrakciós rács forgástengely körüli forgatása során nem eredményez kollimációt. A toroid tükröt a mintasíkra merőleges vonalak mentén diffrakciós rácsként szabályozzuk.

A minta letapogatása abban az időközben történik, amikor a mintát befogadó cella a „mintaponton” áthalad. A fényforrás által kibocsátott fénysugarak a mintát befogadó cella fölött elrendezett toroid tükrön visszaverődnek, így a mintára kollimált és kromatikus összetevőkre bontott letapogató fénysugarak érkeznek.

A toroid tükrök szöghelyzete a mintasíokban fekvő tengely körüli billentéssel változtatható. A billentés tengelye a centrifuga forgórészének forgástengelyével előnyösen derékszöget zár be. A toroid tükrök egyenlőtlen szakaszbeosztásokkal van ellátva, így a belső fénysugarak kívánt kromatikus bontása egyszerű billentéssel elérhető, anélkül hogy a tükrök fókusztávolságát a mintához külön be kellene állítani.

A találmánnyal olyan optikai letapogató rendszer valósítható meg, amely négy dekád nagyságrendű fénycsillapítás mellett is lehetővé teszi a centrifugálás során kialakuló diszkrét sávok nagy felbontóképességét igénylő pontos követését.

A találmány szerinti megoldás újdonságát, technika állásától való eltérését tehát alapvetően az jelenti, hogy a fényforrás által kibocsátott letapogató fénysugarakat a minta szempontjából radiális síkban kollimáljuk, és erre merőleges síkban kromatikusan bontjuk, így kiválasztott frekvenciájú és nagy intenzitású letapogató fénysugarakat nyerünk, ugyanakkor a mintán belüli diffrakciós gradiensek a minta leképezését jelentősen nem befolyásolják.

A találmány szerinti eljárás fogantatását lényegében a két görbülettel rendelkező toroid tükrök alkalmazása teszi lehetővé, amelynek egyik görbülete a fénysugarak kívánt síkban való kollimációját biztosítja, másik görbületének kihasználásával pedig megfelelő szögbeállítással, a kívánt letapogatósi hullámhossz szabályozható.

A fénysugarak mintasíkokban – a forgórész forgástengelyét és a mintapontot magában foglaló síkban – való kollimációjával a fényforrás hatékonyabb kihasználása érhető el, így a találmány szerinti megoldással a hagyományos, háromdimenziós térbeli kollimációval dolgozó módszerekhez képest mintegy tízszeres megvilágítási intenzitás biztosítható.

A találmány szerinti megoldás lehetővé teszi igen keskeny rétegződési sávok dinamikus detektálását. A keskeny rétegződési sávok szedimentációs folyamata ily módon jól követhető.

A találmány szerinti megoldás további előnyös hatása, hogy szükségtelemné teszi a mintát tartalmazó cellát a detektor leképezési síkjára refókusáló leképezési rendszert. Ezáltal lehetővé válik a mintán belüli meredek fénytörési gradiens esetén való vizsgálat is.

A találmány szerinti elrendezésben a toroid tükör szabályozható beállításának köszönhetően nincs szükség arra, hogy a letapogató hullámhosszak változtatása érdekében a tükör és a minta közötti távolságot változtatni kelljen. A fényforrás által kibocsátott fénysugarakat fogadó tükör egyszerű billentésével, a megfelelő viszonylagos szöghelyzet beállításával a kívánt hullámhossz biztosítható.

A találmány szerinti elrendezésben előnyös, hogy ugyanez a toroid tükör képes biztosítani a kívánt egy síkban történő kollimációt, ezáltal a letapogató fénysugarak hatékonyságának – intenzitásának – növelését.

A találmány szerinti elrendezésben a letapogató fénysugarak egy, a toroid tükrön megtört utat járnak be, így a fénysugarak által a fényforrás és a minta között megtett távolság a minta és a detektor közötti távolsághoz képest lényegesen nagyobb. Ez azzal az előnnyel jár, hogy a minta nagy térmélységben gyakorlatilag teljesen párhuzamos fénysugarak segítségével vizsgálható, függetlenül a diffrakció szöghelyzetétől.

A találmányt a továbbiakban a rajz alapján ismertetjük. A rajzon:

az 1. ábrán a találmány szerinti optikai letapogató rendszer példakénti kiviteli alakjának vázlatát tüntettük fel, oldalnézetben, részben metszetben;

a 2. ábra az 1. ábrán feltüntetett rendszert felülnézetben mutatja;

a 3. ábrán a találmány szerinti optikai letapogató rendszer sematikus vázlatát tüntettük fel, a fénysugár kromatikus szétválasztásának síkjában;

a 4. ábra a találmány szerinti optikai letapogató rendszer sematikus vázlatát kollimált fénysugarakat eredményező helyzetben mutatja;

az 5. ábrán a találmány szerinti optikai letapogató rendszer sematikus vázlatát ábrázoltuk, az elhajlított fénysugarak feltüntetésével;

a 6. ábrán a találmány szerinti optikai letapogató rendszerben alkalmazott toroid tükör mozgatómechanizmusának példakénti kiviteli alakját tüntettük fel, oldalnézetben.

Amint az 1. és 2. ábrákból kitűnik, a találmány szerinti optikai letapogató rendszer nagy fordulatszámú centrifugához, ún. ultracentrifugához csatlakozik, amelynek (MO) motorja és (R) forgórésze van, amelyet az (MO) motor (A) forgástengely körül forgat. Az ilyen nagy fordulatszámú ultracentrifugáknál a 100 000 fordulat/perc fordulatszámmal történő üzemeltetés is gyakori. A légellenállás kiküszöbölése érdekében az (R) forgórészt befogadó, (16) fedéllel lezárt (14) edényben (V) vákuumtér van létrehozva.

A vizsgált mintát az (R) forgórészben kialakított

(S₁) cellában helyezik el, amelynek felső (20) ablaka és alsó (22) ablaka van. A (20 és 22) ablakok úgy vannak elrendezve, hogy az (R) forgórész (A) forgástengelyével párhuzamos fénysugarakat átvezetnek. Ezek a (20 és 22) ablakok teszik lehetővé tehát, hogy a minta rétegzettségét nagy sebességű centrifugálás közben dinamikusan vizsgáljuk.

A találmány szerinti optikai letapogató rendszernek (T) csőve van, amelynek végén (L) fényforrás van elrendezve. Az (L) fényforrás által kibocsátott fénynyaláb a (T) cső másik végében elrendezett (M) tükröből visszaverődve (T₁) csőben halad tovább. A (T₁) cső az (S₁) cella (20 és 22) ablakaihoz illesztve van elrendezve, így a (T₁) csőben haladó reflektált fénynyaláb az (S₁) cella (20 és 22) ablakain áthaladva folytatja útját és az (S₁) cella alatt elrendezett (D) fényérzékelő detektorra kerül. A (D) fényérzékelő detektor egy mozgó rés, amely a vizsgált minta teljes radiális irányú kiterjedése mentén történő elmozdulásra képes. A (D) fényérzékelő detektort a későbbiekben részletesen ismertetjük.

Az ultracentrifuga által produkált erőhatások tipikusan a gravitációs erőtermél 5–500 ezerszer nagyobb erőhatások. A találmány célja az ilyen centrifugálási folyamatok közben az anyagon belül kialakuló rétegzettség dinamikus vizsgálata. A centrifuga leállítása után a centrifugálási folyamat közben kialakult rétegzettség nagy valószínűséggel azonnal megváltozik, így az utólagos vizsgálat eredménye már nem lenne mérvadó. A centrifugálás közben ható igen nagy erőhatások következtében kialakuló rétegzettség, amelynek vizsgálatára a találmány szerinti eljárás irányul, az erőter megszűnésével például diffúzió útján változik meg.

A jobb érthetőség érdekében definiáljunk néhány geometriai fogalmat. A minta a találmány szerinti optikai letapogató ideje alatt az (A) forgástengelyen kívül eső ún. (P) mintapontban helyezkedik el. A (P) mintapontból az (A) forgástengelyre húzott merőleges egyenest (26) sugárnak nevezzük. A (26) sugár és az (A) forgástengely által meghatározott sík az ún. mintasík. A mintasík az a sík, amelyben az (M) tükröre beeső fénysugarakat kollimáljuk (4. ábra).

Definiáljuk továbbá az ún. diszperzió síkot, amely a mintasíkra merőleges és a (P) mintapontot magában foglalja. Ebben a diszperzió síkban a fény kromatikus bontása játszódik le, kollimáció itt nem történik (3. ábra).

A találmány szerinti eljárás során tehát egyrészt a fénysugarakat a mintasíkban kollimáljuk, ily módon a minta rétegeit a mintasíkban vizsgálhatjuk; másrészt a fényt a diszperzió síkban kromatikus bontjuk, végül – az 5. ábra szerint – a felbontási karakterisztikákat vizsgáljuk.

A 3. ábrát tekintve látható, hogy az (L) fényforrás által kibocsátott periodikusan megszakított (40) fénysugár előnyösen 1 mm vagy annál kisebb átmérőjű (28) résen keresztül, majd a (T) cső belsejében kialakított (30 és 31) fényterelő között áthaladva (M) tükröre esik.

A 4. ábrán az (L) fényforrás nincs jelölve, látható viszont a (40) fénysugár, amely az (M) tükrőről vissza-

verődve és (50) mintán áthaladva (52) résen át a (D) fényérzékelő detektorra érkezik. Az (52) rés helyzete változtatható úgy, hogy általa az (50) minta teljes felülete alulról letapogatható. Az optikai letapogatás révén az (50) mintában kialakult rétegek, amelyek az (A) forgástengellyel párhuzamosak, ugyanakkor a mintasíkra merőlegesek, azonosíthatók.

Az (M) tükör a 4. ábrán feltüntetett helyzetben, vagyis a mintasíokban az (L) fényforráshoz viszonyítva hengeres görbülettel rendelkezik. Ezen hengeres görbület görbületi sugara úgy van megválasztva, hogy az (M) tükör a belső (40) fénysugarakat a mintasíokban az (R) forgórész (A) forgástengelyével párhuzamosan kollimálja. A kollimált (40) fénysugarak ily módon az (50) minta bármely szétválasztott rétegével, így például a (B) sávban lévő rétegekkel is párhuzamosan haladnak.

Az (M) tükör egyik görbülete az (L) fényforrás által kibocsátott fénysugarak kollimálására van kiképezve. Az (M) tükör ezenkívül egy másik, eltérő görbülettel is rendelkezik, amely görbület mentén az (M) tükör különböző távolságoként elhelyezkedő beosztások szerint történt billentésével különböző színű (frekvenciájú) fénysugarak állíthatók elő.

Hivatkozunk a 3 909 134, 3 930 728 és 3 721 487, valamint a 3 942 048 és 3 628 849 számú US szabadalmakra, amelyekből a tükör helyzetének állításával történő fentiek szerinti szabályozás önmagában megismerhető.

A diffrakciós rács hullámhossz változtatása céljából történő elforgatása az (L) fényforrás optikai normálisához képest mintegy 30°-os szögtartományban történik. A fénysugarak kollimációját biztosító görbület a diffrakciós szögtől függetlenül lényegében nem változik.

Leszögezzük, hogy a rajz alapján ismertett optikai elrendezés a találmány szerinti eljárás foganatosításának csupán csak egy példakénti eszköze, a fénysugarak mintasíkokban való kollimációja más ismert optikai elrendezésekkel, például lencsék és tükrök alkalmas kombinációjával is megoldható.

Az (52) rés a (D) fényérzékelő detektor előtt helyezkedik el, és a 4. ábrán jelölt (54) nyíl szélességében előre-hátra mozgatható. Az (52) rés elmozdulása során a (D) fényérzékelő detektor érzékeli a beeső fénysugarak közötti különbségeket. Hivatkozunk Cohen 3 712 742 számú US szabadalmára, amely az ilyen fényérzékeléshez megfelelő kitanítást nyújt.

A találmány jobb megértéséhez tekintsük az alábbi számszerű példát. Az (L) fényforrás célszerűen periodikusan megszakított fényt kibocsátó fényforrás, a fénykibocsátás pillanatában mintegy 20 000 W kimeneti teljesítménnyel. A lényegében átlátszatlan rétegek, mint például az (50) minta (D) sávja miatt az (S₁) cellában a fény jelentősen gyengülhet. A teljes fénycsillapítás értéke elérheti a 10¹⁷ nagyságrendet. A fénycsillapítás az (50) mintán belül mintegy 10³ nagyságrendű lehet.

A találmány szerint az (S₁) cellában elhelyezett (50) mintát célszerű kromatikusan különválasztott frekvenciasávokban vizsgálni. Előnyös például a cent-

rifugában szétválasztott proteinek a 200–800 nm hullámhossztartományban, azaz az ultraibolya és részben a látható fény hullámhossztartományában vizsgálni. Az (M) tükör (60) tengely körüli, (62) nyíllal jelzett irányú forgatásával (3. ábra) az (50) minta 5 nm szélességű hullámhossztartományonként (frekvenciasávonként) letapogatható. Ismert, hogy a letapogatáshoz használt optikai sávok szélességét lényegében az (M) tükör ki-sugárzási térszöge határozza meg a (20 és 22) ablakon keresztül, amint azt a 3. és 4. ábrák szemléltetik.

A kromatikusan szétválasztott fény sávja a 4. ábrán feltüntetett (B) sáv síkjában van, és vele párhuzamos, ilyen beállítás esetén mind a (B) sáv, mind pedig annak megfelelő felületei megvilágítottak. A megvilágító fény erőssége legalább tízszerese azon fény erősségének, amely a 3. és 4. ábrák síkjaiba való kollimációhoz szükséges lenne. A 4. ábra síkjára korlátozó kollimáció alkalmazásával, és a (B) sáv mentén történő kromatikusan szétválasztás 3. ábra síkjában történő létrehozásával elérhető, hogy a fény az (S₁) cellában elhelyezett (50) mintában a (B) sávot elérje.

Az 5. ábrán az optikai letapogató rendszer egyszerűsített optikai vázlatát ábrázoltuk. A vázlat azt szemlélteti, hogy a 3. és 4. ábrákon látható elhajlított fénysugár által megtett útnak milyen szerepe van a sávfelbontás tekintetében.

Látható, hogy az (L) fényforrás és az (M) tükör között a fénysugár által befutott távolság X₁, ami példánk esetében mintegy 33 cm. Az (52) rés és az (S₁) cella között befutott X₂ távolság ugyanakkor mintegy 2 cm. Az ábrából kitűnik, hogy az X₁ távolság az X₂ távolságánál lényegesen, nagyságrenddel nagyobb, így az (52) rés a (B) sávot viszonylag nagy felbontással érzékeli, hiszen:

$$\frac{d_2}{X_2} > \frac{d_1}{X_1}$$

ahol d₁ a (28) rés, d₂ az (52) rés szélessége.

Különböző kromatikusan felbontások az (M) tükör forgatásával érhetők el. Az (M) tükör forgatását megvalósító mechanizmus példakénti kiviteli alakját mutatja a 6. ábra.

Az (M) tükör a 6. ábrán a 4. ábrával azonos nézetben látható. Az (L) fényforrás által kibocsátott fénysugár a (T) csőben (100) optikai terelők között felfelé halad, majd az (M) tükörről visszaverődve a (T₁) csőben lefelé folytatja útját az (S₁) cella irányában.

Az (M) tükör (102) tengelycsap körül forgathatóan van elrendezve. Az (M) tükör forgatását egymásba kapcsolódó (103) és (104) fogaskerekekből álló hajtás biztosítja. A (104) fogaskerék (105 és 106) fogaskerekek alkotta csökkentő áttételen keresztül (107) előtét-fogaskerékkel van kapcsolatban, amelyet (108) fogasléc hajt. A (108) fogasléc (M) tükör felé irányuló vagy azzal ellentétes lineáris mozgásával az (M) tükör szöghelyzete pontosan szabályozható.

Az (M) tükör fenti mechanizmussal beállított szöghelyzete a mintasíkokban való kollimációt nem érinti. Az (M) tükör ebben a síkban (a 4. ábra síkjában) a (108)

fogasléc által beállított szöghelyzettől függetlenül kollimál. Az (M) tükör szöghelyzetének változtatásával csupán a centrifuga (R) forgórészében kiképezett (S_1) cellában elhelyezett (50) mintát letapogató fénysugár „színe” – hullámhossza – változik.

Az (M) tükör szöghelyzetének a fenti mechanizmus segítségével történő egyszerű szabályozásával a letapogató fénysugár hullámhosszának a vizsgált mintához való megfelelő illesztése gyorsan és egyszerűen elérhető. A letapogató fénysugár „színe” a különböző optikai érzékenységet követelő rétegek optimális detektálásához gyorsan beállítható.

Az (52) rés és a (D) fényérzékelő detektor kölcsönös helyzete a 4. ábrán látható.

A centrifugálás során az (S_1) cellában az (50) minta rétegeztsége fokozatosan alakul ki. Különböző komponensek diszkrét rétegekben válnak ki. Az ilyen komponensek például különböző sókat tartalmazhatnak.

Sajnos az ilyen nagyobb sűrűségű komponensek, különösen a kiválasztódó sók, különböző fénytörési együtthatókkal rendelkeznek. Ahhoz, hogy az ilyen sávok detektálhatók legyenek, az (52) résnek bizonyos nyílásszöget kell biztosítani.

Példánk esetében az (52) rés aktív szélessége mintegy 0,1 mm, és a (D) fényérzékelő detektor aktív felületéhez képest úgy van beállítva, hogy a minta merőleges látószögéhez képest $+2^\circ$ szögeltérés biztosított. Ily módon elérhető, hogy az (S_1) cellán áthaladt, az (50) mintán megtört különböző fénytörési együtthatójú fénysugarak detektálhatók, ugyanakkor a fenti szögtartományon kívül eső szórt fénysugarak nem esnek be a (D) fényérzékelő detektor aktív felületébe.

A 2. ábrán látható, hogy a centrifuga (R) forgórészében adott esetben különböző minták befogadására több cella, például (S_2 , S_3 és S_4) cellák is kialakíthatók.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás forgó centrifugában elhelyezett minta rétegeztségének optikai úton történő meghatározására, ahol a mintát a centrifuga forgórészében, a centrifugális erőhatás következtében a mintában kialakult rétegeztség irányával párhuzamos fényáthaladást biztosító ablakkal ellátott cellában helyezük el, fényforrás segítségével fénysugarakat bocsátunk a mintára és a cellán, annak ablakain keresztül áthaladt fényt detektáljuk, aminek alapján a mintán belüli rétegeztséget meghatározzuk, *azzal jellemezve*, hogy a fényforrás (L) által kibocsátott fényt két különböző irányú, egymást metsző görbületes sugarakkal rendelkező görbülettel ellátott toroid tükör (M) egyik görbületének felhasználásával a forgórész (R) forgástengelyével és a kialakult rétegeztség irányával párhuzamosan kollimáljuk, a toroid tükröt (M) másik görbülete szempontjából úgy állítjuk be, hogy a fényt a másik görbület felhasználásával kromatikus összetevőkre bontjuk, és a toroid tük-

röt (M) első görbülete szempontjából a mintára (50) beeső fény kollimációjának és kiválasztott hullámhosszának megfelelően forgatjuk.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a mintát (50) befogadó cellán (51) áthaladt fénysugarakat a cella (S_1) alatt mozgathatóan elrendezett fényérzékelő detektorral (D) detektáljuk.

3. Elrendezés forgó centrifugában elhelyezett minta rétegeztségének optikai úton történő vizsgálatára, amelynek fényforrása, a mintát befogadó cellája és letapogató fénysugarakat detektáló fényérzékelő detektora van, ahol a cella a centrifuga forgórészében van kialakítva, és a centrifugális erőhatás következtében a mintában kialakult rétegeztséggel párhuzamos letapogató fénysugarakat a cellán áteresztő elrendezésű ablakkal van ellátva, *azzal jellemezve*, hogy két különböző irányú görbülettel rendelkező toroid tükre (M) van, amely

– egyik görbületével a fényforrás (L) által kibocsátott fénysugarakat (40) a minta (50) és a forgórész (R) forgástengelye (A) által meghatározott síkban a forgástengellyel (A) párhuzamosan kollimáló helyzetben van elrendezve,

– másik görbületével a fénysugarakat különböző hullámhosszú összetevőkre kromatikusán szétválasztó, szabályozható szöghelyzetben van beállítva, és

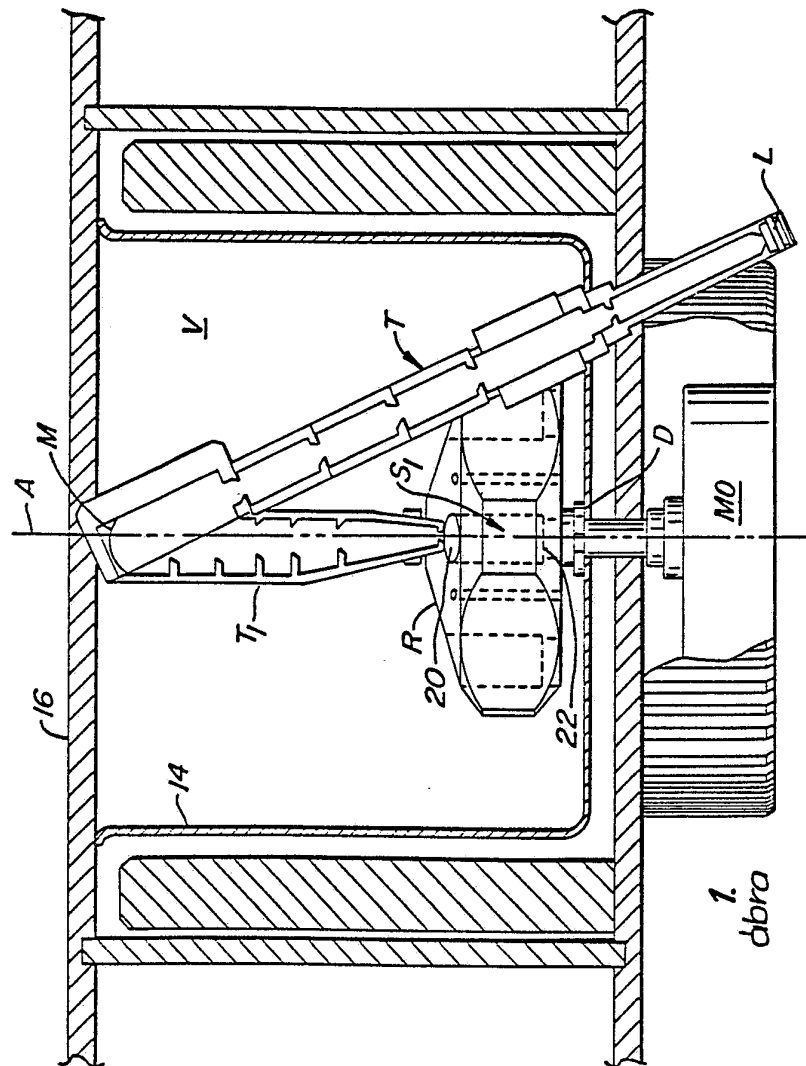
– a tükröt (M) az első görbület görbületes sugara körül forgató eszközzel van ellátva.

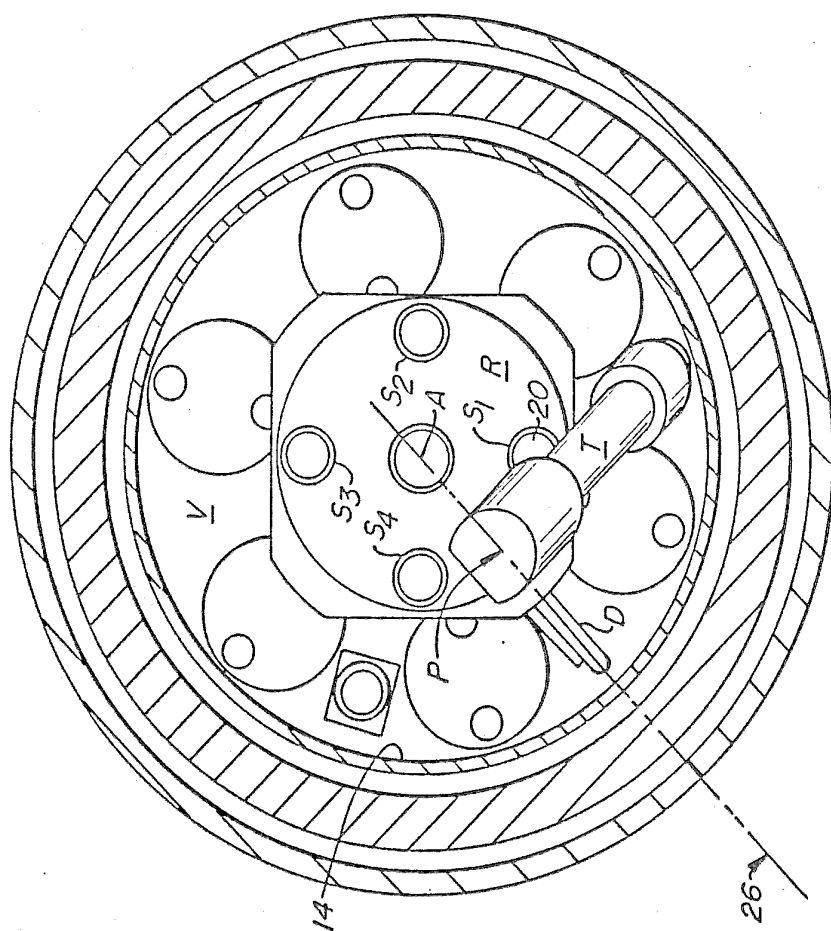
4. A 3. igénypont szerinti elrendezés, *azzal jellemezve*, hogy a letapogató fénysugarakat (42) detektáló fényérzékelő detektor (D) a mintához (50) képest mozgathatóan van elrendezve és mozgatóeszközzel ellátva.

5. A 3. vagy 4. igénypont szerinti elrendezés, *azzal jellemezve*, hogy a cella (S_1) ablakai (20, 22) a cella (S_1) tetején és alján helyezkednek el.

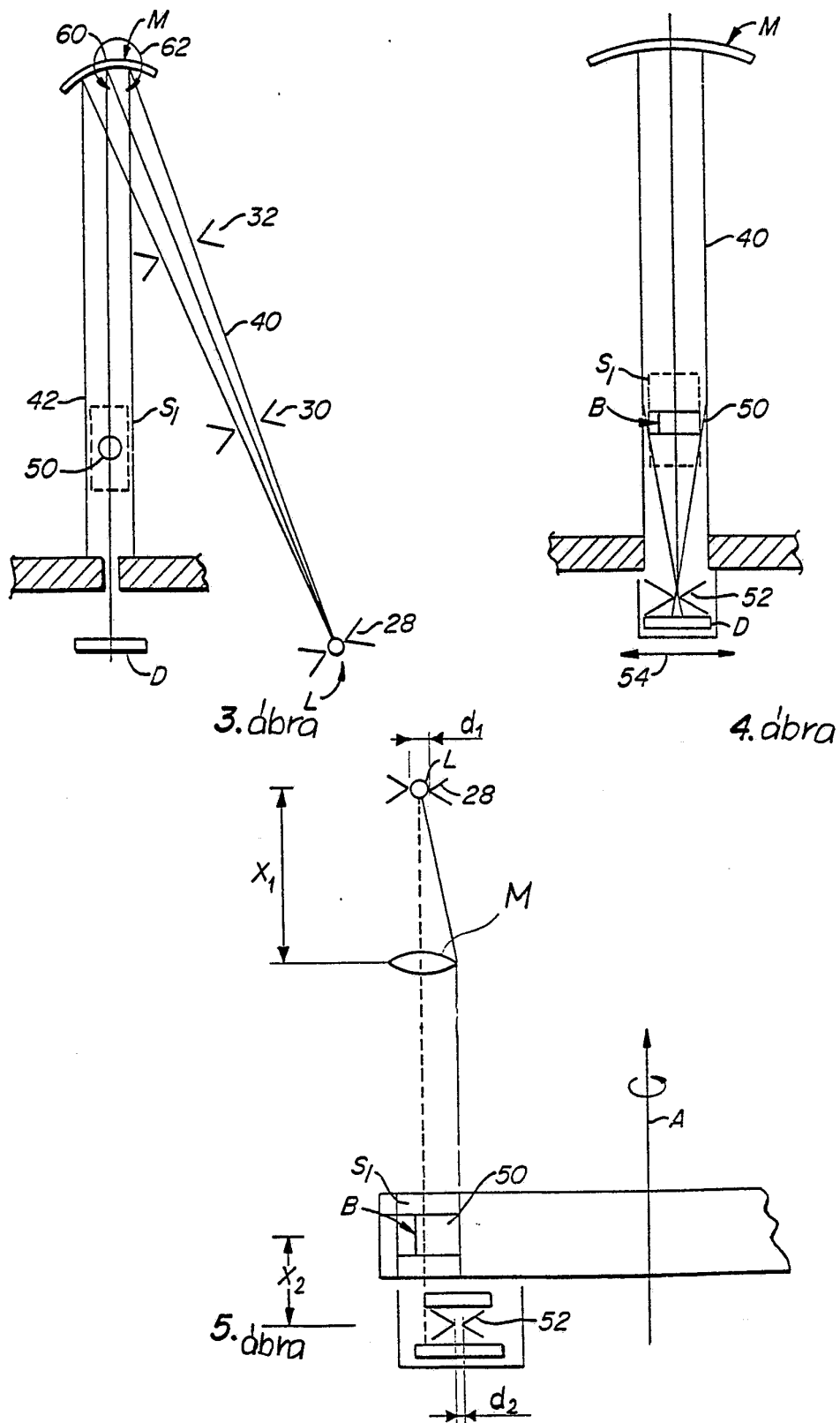
6. Elrendezés centrifugálással kialakított rétegeztséggel rendelkező minta osztályozására, amely forgórészt (R), a forgórészben annak forgástengelyéhez (A) képest eltolt helyzetű cellát, továbbá fényforrást, fényterelő eszközt és fényérzékelő detektort foglal magában, ahol a cella a minta befogadására van kialakítva, és a kialakított rétegeztséggel irányával párhuzamos fényátbocsátást biztosító ablakkal van ellátva, *azzal jellemezve*, hogy a fényterelő eszköznek toroid tükre (M) van, amely két különböző irányú görbülettel rendelkezik, a toroid tükör (M) első görbületével a fényforrás (L) fényét a minta (50) és a forgórész (R) forgástengelye (A) által meghatározott síkban a rétegeztség irányával párhuzamosan kollimáló, második görbületével a fényt kromatikus összetevőkre szétválasztó kialakítású, és első görbületének görbületes sugarához képest forgatást biztosító forgatóeszköze van.

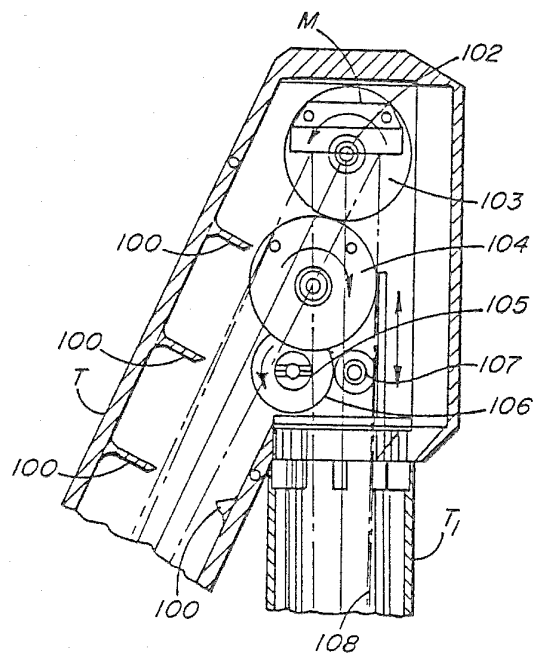
7. A 6. igénypont szerinti elrendezés, *azzal jellemezve*, hogy a toroid tükörnek (M) a minta (50) és a forgórész (R) forgástengelye (A) által meghatározott síkkal párhuzamos diffrakciós osztásokkal ellátott szabályozóeszköze van.





2. dbra





6. obra