



G (11) Patentti myönnetty

Patent mallelat 07 09 1993

(51) Kv.1k.5 - Int.cl.5

G 01N 21/21

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patenttihakemus - Patentansökning	910375
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag	25.01.91
(24) Alkupäivä - Löpdag	25.01.91
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	26.07.92
(44) Nähtäväsipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	15.06.93

(71) Hakija - Sökande

I. Korppi-Tommola, Jouko, Teeritie 11, 40900 Säynätsalo, (FI)

(72) Keksijä - Uppfinnare

I. Korppi-Tommola, Jouko, Teeritie 11, 40900 Säynätsalo, (FI)

(74) Asiamies - Ombud: DI Kimmo Helke

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä ja polarimetri sokeri- tai muun liuoksen polarisaatiotason kiertymän
mittaamiseksi
Förfarande och polarimeter för mätning av vidning av polarisationsplanet i socker- eller
annan lösning

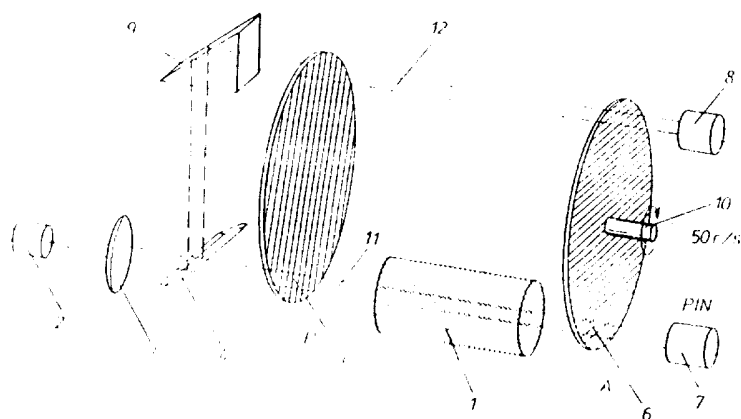
(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

DE A 3326555 (G 01N 21/21), SE B 442919 (G 01N 21/21), US A 2861493 (356-116),
US A 4309110 (G 01J 4/00), US A 4850710 (G 01N 21/23),
JP A 54-141693, vol. 4, nro 1, 8.1.80, p. 100, E-163

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksinnön kohteena on menetelmä ja polarimetri sokeri- tai muun liuoksen polarisaatiotason kiertymän mittaamiseksi, jossa menetelmässä monokromaattinen polaroitu mittaussäde (11) ohjataan näytteen (1) läpi, jonka polarisaatiotason kiertymä mitataan näytteen jälkeen alkuperäiseen polarisaatiotasoon verrattuna. Keksinnön tarkoituksena on aikaansaada uusi menetelmä polarisaatiotason kiertymän mittaamiseksi ja vastaava polarimetri, joka on aikaisempaa tarkempi ja tunteeton maan magneettikentän vaihteluille. Keksinnön mukaan tuotetaan mittaussäteen (11) lisäksi vertailusäde (12), joka johdetaan näytekyvetin (1) ohitse samalla, kun mittaussäde (11) johdetaan näytekyvetin (1) läpi ja johdetaan molemmat säteet ennen näytettä että näytteen jälkeen polaroivien tasojen (5,6) läpi, joista toista kierretään jaksollisesti ja rekisteröidään säteiden intensiteetti jatkuvana mittauksena ja mitataan saatujen jaksollisten signaalien vaihtero.

Uppfinningen avser metod och polarmeter för matning av polarisationsnivåns vridning i socker- eller annan lösning, i vilken metod monokromatiskt polariserad matningsstråle (11) leds genom prov (1), vilken provs polarisationsnivåns vridning mats efter provning jämfört med den originella polarisationsnivån. Med uppfinningen vill man åstadkomma en ny metod för matning av polarisationsnivåns vridning och motsvarande polarmeter, som är mer noggrann än tidigare och okänslig för ändringar i jordens magnetfält. Enligt uppfinningen produceras förutom matningsstråle (11) också komparationsstråle (12), som leds förbi provkyvett (1) samtidigt som matningsstråle (11) leds genom provkyvett (1) och båda strålar leds både före och efter provning genom polariserande plan (5,6), varav den ena vrids periodiskt och strålarnas intensitet registreras kontinuerligt och fasdifferens för de erhållna periodiska signaler mats.



Menetelmä ja polarimetri sokeri- tai muun liuoksen polarisaatiotason kiertymän mittaamiseksi

Keksinnön kohteena on menetelmä sokeri- tai muun liuoksen polarisaatiotason kiertymän mittaamiseksi, jossa menetelmässä monokromaattinen polaroitu mittaussäde ohjataan näytteen läpi, jonka polarisaatiotason kiertymä mitataan näytteen jälkeen alkuperäiseen polarisaatiotasoon verrattuna. Keksintö kohdistuu myös menetelmää toteuttavaan polarimetriin.

10

Polarimetri mittaa polaroidun yksivärisen valon polarisaatiotason kiertoa veteen liuotetusta sokerinäytteestä. Valon kiertokulman suuruus on suoraan verrannollinen liuoksessa olevaan sokerimäärään. Lisäksi kierron suunnan perusteella voidaan eri sokeriladu-
15 dut erottaa toisistaan.

Sokerin valmistuksessa polarimetrillä on keskeinen asema sekä juurikas- että ruokosokeripohjaisten tuotantolinjojen tarkkailussa. Kaikki saatavilla olevat kaupalliset mittalaitteet
20 käyttävät hyväkseen tavallista, kapeakaistaiseksi suodatettua valoa. Varsinkin tummien liuosten mittaaminen on tästä syystä vaikea huonon läpäisykyvyn vuoksi. Tässä suhteessa laservalo tarjoaa ylivoimaiset ominaisuudet aikaisempiin mittalaitteisiin verrattuna. Laservaloa hyväksikäyttävien polarimetrien toteut-
25 taminen on ollut vasta suunnitteluasteella.

Nykyisin yleisimmin käytössä olevien polarimetrien rakenne on esitetty julkaisussa NATURE, joulukuu 22, 1956 vol 178, E.J. Gillham. Tässä on esitetty polarimetri, jossa polaroitu valo
30 ohjataan näytekyvetin läpi ja siinä tapahtunut kiertokulman muutos kompensoidaan nk. optomagneettisella Faradayn-kompensaatiokennolla. Liuoksen aiheuttama polarisaatiotason kierto kompensoidaan vaihtovirralla muodostetun magneettikentän avulla, jolloin tarvittava kompensatiovirta on suoraan verrannollinen
35 kiertokulmaan ja sokeripitoisuuteen. Koska maan magneettikenttä on epähomogeeninen, voidaan samalla laitteella mitata tai saada toisistaan poikkeavia tuloksia leveysasteesta riippuen. Tämän vuoksi kalibrointi on standardisokeriliuoksia käyttäen välttämätöntä.

Tunnettua polarimetritekniikkaa on esitelty seuraavissa julkaisuissa: Hans Wenking, Göttingen, "Zeitschrift für Instrumentenkunde" 66.Jahrgang, Heft 1. tammikuu 1958 sekä von K. Zander et al, ZUCKER, n:o 12, 1974, vol 27 ss. 642-647. Tunnetut kaupalliset polarimetrit tarvitsevat suurjännitetekniikkaa, koska tunnistinelimenä käytetään valomonistinputkea.

Laserin käyttöä polarimetreissä on esitelty julkaisussa A.L. Cummings et al "Lasers and Analytical Polarimetry" ss 291-302 ja
10 ICUMSA 17th session Montreal 1978 subject 5 ss. 56-57, ranskalaisessa patenttijulkaisussa 2.393 296 ja brasilialaisessa patenttihakemuksessa PI 7803313. Näissä laservalon käytöllä on päästy suurempaan läpäisyyn ja hieman suurempaan tarkkuuteen laservalon kapeakaistaisuuden takia. Ilmaisutekniikka on kuitenkin vanhan-
15 aikaista eikä Faradayn kennolle ja valomonistinputkelle ole löydetty korvaavaa ratkaisua.

Tämän keksinnön tarkoituksena on aikaansaada uusi menetelmä polarisaatiotason kiertymän mittaamiseksi ja vastaava polarimetri,
20 joka on aikaisempaa tarkempi ja tuntee maan magneettikentän vaihteluille. Keksinnön mukaisen menetelmän tunnusmerkilliset piirteet on esitetty patenttivaatimuksessa 1 ja erään menetelmää toteuttavan polarimetrin tunnusmerkilliset piirteet on esitetty patenttivaatimuksessa 4.

25

Keksinnön mukaan ei yritetäkään määrittää signaalin sammumishetkeä analysaattoritason jälkeen vaan vaihe-ero mitataankin signaalien nouseville osille sijoitettujen kellolaskurin liipaisujen välillä. Tämän takia voidaan käyttää halpoja ja yksinkertaisia
30 valodiodeja (PIN) tunnistineliminä. Huomattavaa lisäetua saadaan, kun käytetään lämpötilavakavoitua laserdiodia, jolloin polarimetrin koko pienenee ja säteen läpäisevyys suurenee verrattuna elohopealamppujen käyttöön. Lisäksi lämpötilavakavoinnilla laserdiodi pidetään tarkasti samassa yksittäisessä toiminta-
35 muodossa.

Keksinnön mukaisesta laserpolarimetristä saadaan pienikokoinen, mekaanisesti yksinkertainen ja se saadaan toimimaan matalajännitteellä.

- 5 Seuraavassa keksintöä havainnollistetaan oheisen suoritusesimerkin avulla, jonka periaate on esitetty oheisissa kuvassa.
Kuva 1 esittää polarimetrin periaatteellista rakennetta
Kuva 2 esittää PIN-diodi-ilmaisimilta saatuja tasokorjattuja signaaleja
10 Kuva 3 esittää polarimetrin lohkokaaviota

Lämpötilavakavoinnin avulla laserdiodi 2 pidetään ns. TEM_{00} -muodossa.

- 15 Tutkittava näyte asetetaan kyvetiin 1 ja sen läpi johdetaan mittaussäde 11. Tässä valonsäde tuotetaan laserdiodilla 2, kollimoidaan linssin 3 avulla yhdensuuntaiseksi ja kahdennetaan suuntaamalla se viiston lasilevyn 4 läpi, jolloin heijastuneen vertailusäteen 12 osuudeksi jää noin 4%. Kun vertailusäde 12 on
20 käännetty prisman 9 avulla jälleen mittaussäteen 11 (oleellisesti) suuntaiseksi, polaroidaan molemmat sädekimput polarisaattorilevyn 5 avulla.

- Voimakkaampi mittaussäde 11 läpäisee näytekyvetin 1 ja varsinkin
25 tummien liuosten mittauksessa se vaimenee voimakkaasti. Kyvetin 1 paksuuden lisääminen on suoraan verrannollinen kiertokulman kasvuun ja näin ollen myös erotuskykyyn, joten näytepatsaan koko optimoidaan kutakin käyttötarkoitusta varten. Prosessikäyttöön suunniteltavaan laitteeseen on läpäisypaksuudeksi ajateltu noin
30 20 mm:ä. Kirkkaiden nesteiden mittaus mahdollistaa dekadin verran suuremman kyvetin käytön.

- Näytteen läpi kulkevan valokimput polarisaatiotaso kiertyy sokeripitoisuuteen verrannollisena. Sekä mittaus- että ver-
35 tailusäteet 11 ja 12 läpäisevät analysaattorilevyn 6, jota pyöritetään akselin 10 välityksellä, ja saapuvat ilmaisimina toimiville valodiodeille (PIN) 7 ja 8.

Analysaattorin pyörimisnopeudeksi on suoritettujen kokeiden perusteella valittu 50 kierrosta sekunnissa riittävän pienien nousuaikojen saamiseksi valodiodeille. Ilmaisimilta saadaan jaksolliset signaalit (Malusin laki), joiden vaihe-ero ilmaisee 5 liuoksessa tapahtuneen kiertokulman muutoksen. Polaroiavan levyn 6 symmetriasta aiheutuen lasersäteet sammuvat diodeilla 180° :n välein, ja signaalien taajuudeksi tulee 100 Hz. Vaihe-eron mittaaminen suoritetaan kahden laskurin avulla. Vertailulaskurilla lasketaan koko puolikierrokselle saapuvia pulsseja mit- 10 tauslaskurin laskiessa pulsseja vaihe-eron mittaisen ajan.

Kuvassa 2 on esitetty ilmaisimelta saatavat intensiteetti-signaalit kulman funktiona, sen jälkeen, kun signaalien taso on asetettu yhtä suureksi. Vahvistintekniikalla signaalit voidaan 15 tasoittaa alueella 1:20. Kun vielä otetaan huomioon se, että vertailusäteen osuus oli vain 4%, näytteen vaimennus voidaan kompensoida alueella 1:400. Koska analysaattorilevyä 6 pyöritetään tasaisella kulmanopeudella, Y-akselin suureena voitaisiin käyttää aikaa kulman sijasta.

20

Keksinnön mukainen laserpolarimetri on tunteeton maan magneetikentän vaihteluille. Lisäksi laite vertaa jokaisella analysaattorin pyörähdyksellä vertailu- ja näytesignaalien vaihe-eroa kokonaispyörähdysaikaan, mistä syystä kalibrointia ei tarvita. 25 Laite antaa absoluuttisen kiertokulman arvon kahdesti analysaattorilevyn kierroksen aikana.

Kellolaskurit käynnistävien liipaisutasojen määrittämiseen käytetään sinänsä tunnettua CFD-tekniikkaa (constant fraction 30 diskrimination). Tämän avulla kellojen käynnistys tapahtuu tarkasti esimerkiksi jaksollisen aallon nousun neljänneksen kohdalla, kuvassa 2 intensiteettitasolla I_1 . Joka puolijaksolla saadaan molempien valodioidien signaaleista muodostettua liipaisut, jolloin kellolaskurin lukema viedään muistiin. Kuvioon 2 on 35 merkitty liipaisuhetket $t_{ref,1}$, $t_{ref,2}$ vertailusignaaleille ja t_1 , t_2 mittaussignaaleille. Puolijakson kesto saadaan kahden peräkkäisen vertailusignaalia rekisteröivän laskurin lukemien erotuksena ja vaihe-eroaika mittaus- ja vertailusignaalien liipaisujen

erotuksena. Vaihe-ero eli polarisaation kiertymä saadaan lopulta jakamalla eri signaalien liipaisujen välinen aika jakson kokonaisajalla ja kertomalla tämä suhteellinen kiertymä koko ympyrällä eli 360° .

5

Laserpolarimetriltä kuluu yhteen mittaukseen aikaa vain 20 millisekuntia, joka muodostuu 10 millisekunnin mittausjaksosta ja toisesta vastaavasta ajasta, jolloin tieto käydään lukemassa laskureilta. Tämä mahdollistaa saman näytteen nopean analysoinnin
10 useita kertoja peräkkäin, ja näin tietokoneella voidaan laskea tuloksista tilastollinen virhearvio.

Kuvaan 3 viitaten laitteisto voidaan jakaa toiminnallisiin osiin. Laserdiodi 2 ja sen lämpötilavakavointielimet on koottu omaan
15 yksikköönsä 13. Optiikka, polaroivat elementit ja pyörityslaite, NTC-vastus ja PIN-diodit on koottu omaan yksikköönsä 14, joka on asetettu mekaanisesti tukevasti laserdiodiyksikön 13 samalle rungolle. Muu osa laitteistoa on lähinnä signaalin käsittely- ja laskentaelektroniikkaa.

20

PIN-diodeilta saatavat signaalit johdetaan CFD- eli vakio-osuusmuunttimeen 16, josta saadaan liipaisut vakiomuotoisina pulsseina. Nämä pulssit viedään ajastimelle 4, joka antaa tuloksena kaksi lukemaeroitusta, joista toinen on verrannollinen jakson
25 kokonaisaikaan ja toinen vaihe-eroaikaan. Keskusyksikkö 18 laskee useista mittauksista varsinaisena tuloksena polarisaation kiertymän näyteliuoksessa. Keskusyksikön 18 avulla tulosta voidaan lisäksi käsitellä eteenpäin. Ohjausyksikköön 19 kuuluu muutama painonappi, joista laitetta ohjataan. Näyttöyksikköön
30 kuuluu LED-numeronäyttö tuloksen saamiseksi näkyviin.

Keskusyksikkö 18 on sarjaportin 20 välityksellä yhteydessä sekä prosessiin 22 että näytteen lämpötilaa mittaavaan NTC-vastukseen. Näytteen lämpötilaa mittaava NTC-vastus on liitetty
35 sarjaväylään mittausliitäntäyksikön 21 avulla.

Valoilmaisimena käytetyt valodiodit toimivat pienjännitteillä, toisin kuin nykyiset polarimetrit, joiden valomonistinputket vaativat korkeajännitteen käyttöä. Turvallisuussyistä teollisuus pyrkii mahdollisuuksien mukaan välttämään korkeajännitteisiä instrumentteja.

Keksinnön mukaan toisen polaroivan tason jaksollinen kiertäminen voi myös olla edestakaista liikettä. Vertailusädettä ei välttämättä tarvitse kääntää tarkalleen mittaussäteen suuntaiseksi.

10 Oleellista on tässä on, että aikaansaadaan alkuperäiseen pääsäteeseen verrannollinen säde, joka saatetaan kulkemaan molempien polaroivien levyjen läpi, mutta näytteen ohitse.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä sokeri- tai muun liuoksen polarisaatiotason kiertymän mittaamiseksi, jossa menetelmässä

- 5 - tuotetaan monokromaattinen valosäde ja jaetaan se mittaus-
säteeseen (11) ja vertailusäteeseen (12),
 - ohjataan mittaussäde (11) näytteen (1) läpi ja vertailusäde
(12) sen ohitse,
 - johdetaan kukin säde ennen näytettä ensimmäisen polaroivan
10 tason (5) ja näytteen jälkeen toisen polaroivan tason eli
analysaattorin (6) läpi, jota pyöritetään tasaisella kul-
manopeudella,
 - mitataan säteiden intensiteettien vaihe-ero analysaattorin
(6) jälkeen, jolloin intensiteetit ovat neliöllisiä kosini-
15 muotoisia funktioita,
- tunnettu siitä, että intensiteeteistä määritetään kellolaskurit
käynnistävä tietty liipaisutaso (I_1), joka on sovitettu oleelli-
sesti intensiteettien jyrkkiin nousuvaiheisiin ja että mitataan
eri intensiteettien liipaisuista vaihe-eroaika ja saman
20 intensiteetin liipaisuista jakson kokonaisaikaan verrannollinen
aika.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen mittausmenetelmä,
tunnettu siitä, että aikaansaatu monokromaattinen sädekimppu
25 kollimoidaan, polarisoidaan ja kahdennetaan vertailusäteen (12)
aikaansaamiseksi, kahdennettu säde käännetään takaisin mit-
taussäteen (11) suuntaiseksi, johdetaan mittaussäde (11) näytteen
läpi ja molemmat säteet (11,12) johdetaan yhteisen pyörivän pola-
risaattorin (6) kautta omille tunnistinelimille (8,7), joiden
30 signaaleista lasketaan edellä mainittu vaihe-ero.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukaisen menetelmän toteuttamiseksi
tarkoitettu polarimetri, johon kuuluu laserdiodi (2), ensimmäinen
polaroiva levy (5), pääsäteen kahdennuslaite (4) vertailusäteen
35 (12) aikaansaamiseksi, mittaussäteen (11) linjalle asetettu
näytekyvetti (1) tutkittavaa nestettä varten, kullakin säteellä
toinen polaroiva analysaattorilevy (6) ja tunnistinelimet (7)
mittaus- (11) ja vertailusäteiden (12) intensiteettien rekiste-

röimiseksi, ja jossa mittaussäteellä oleva analysaattorilevy on sijoitettu eri puolelle näytekyvettä ja jossa yksi analysaattorilevy on pyöritettävä, tunnettu siitä, että laitteeseen kuuluu

- prisma (9) vertailusäteen (12) kääntämiseksi mittaussäteen
5 (11) suuntaiseksi,
- vakio-osuusmuunnin (16) liipaisutason määrittämiseksi tunnistinelimiltä (7) saatavilta signaaleista,
- kellolaskurit (17) liipaisujen välisten aikojen mittaami-
seksi,

10 ja jossa prisma (9) sekä yksi analysaattorilevy (6) on siten asetettu, että sekä mittaussäde (11) että vertailusäde (12) kulkevat saman analysaattorilevyn läpi, joka on sovitettu pyöritettäväksi.

15 4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen laserpolarimetri tunnettu siitä, että laitteeseen kuuluu laserdiodin (2) lämpötilavakiointielimet.

Patentkrav

1. Metod för mätande av polariseringsnivåns vridning hos en socker- eller annan lösning, i vilken metod
 - 5 - man producerar en monokromatisk ljusstråle och delar denna i en mätstråle (11) och en referensstråle (12),
 - man styr mätstrålen (11) genom provet (1) och referensstrålen (12) förbi denna,
 - varje stråle leds före provet genom den första polariserande nivå (5) och efter provet genom den andra polariserande nivå, dvs. analysatorn (6), vilken roteras med en jämn vinkelhastighet,
 - 10 - man mäter fasskillnaden i strålarnas intensitet efter analysatorn (6), varvid intensiteterna är cosinusformade funktioner i kvadrat,
 - 15 kännetecknad av, att man för intensiteterna definierar en särskild utlösningssnivå (I_1) för klockräknarna, vilken är anpassad väsentligt till intensiteternas branta stigfaser och att man mäter fasskillnadstiden för de olika intensiteternas
 - 20 trigging och att man mäter tiden för samma intensitets utlösande i förhållande till periodens totala tid.
2. Mätmetod enligt patentkrav 1, kännetecknad av, att det åstadkomna monokromatiska strålningsknippet kollimeras,- 25 polariseras och fördubblas för att ernå en referensstråle (12), den fördubblade strålen vänds tillbaka i mätstrålens (11) riktning, mätstrålen (11) leds genom proven och de båda strålarna (11, 12) leds via en gemensam roterande polarisator (6) till sina egna avkänningsorgan (8, 7), från vilkas signaler beräknas den
- 30 nämnda fasskillnaden.
3. En för ett förverkligande av metoden i patentkrav 1 ämnad polarimeter, vilken innefattar laserdiod (2), en första polariserande skiva (5), fördubblingsanordning (4) för åstadkommande
- 35 av referensstrålen (12), en i linje med mätstrålen (12) placerad provkuvett (1) för den vätska som skall undersökas, för var och en av strålarna en andra polariserande analysatorskiva (6) och avkänningsorgan (7) för registrering av intensiteterna hos mät-

(11) och referensstrålarna (12), och där analysatorskivan för mätstrålen är placerad på den andra sidan av provkuvetten och där en analysatorskiva är roterbar, kännetecknad av, att anordningen innefattar

- 5 - prisma (9) för vändande av referensstrålen (12) till mätstrålens (11) riktning,
- konstantandelsomvandlare (16) för bestämmande av utlösningarnivån utifrån de från avkänningsorganen (7) erhållna signalerna,
- 10 - klockkretsar (17) för att mäta tiderna mellan utlösningarna,

och där ett prisma (9) samt en analysatorskiva (6) är så monterade, att såväl mätstrålen (11) som referensstrålen (12) går igenom samma analysatorskiva, vilken är roterbart anordnad.

15

4. Laserpolarimeter enligt patentkrav 3, kännetecknad av, att anordningen innefattar värmestabiliseringsorgan för laserdioden (2).

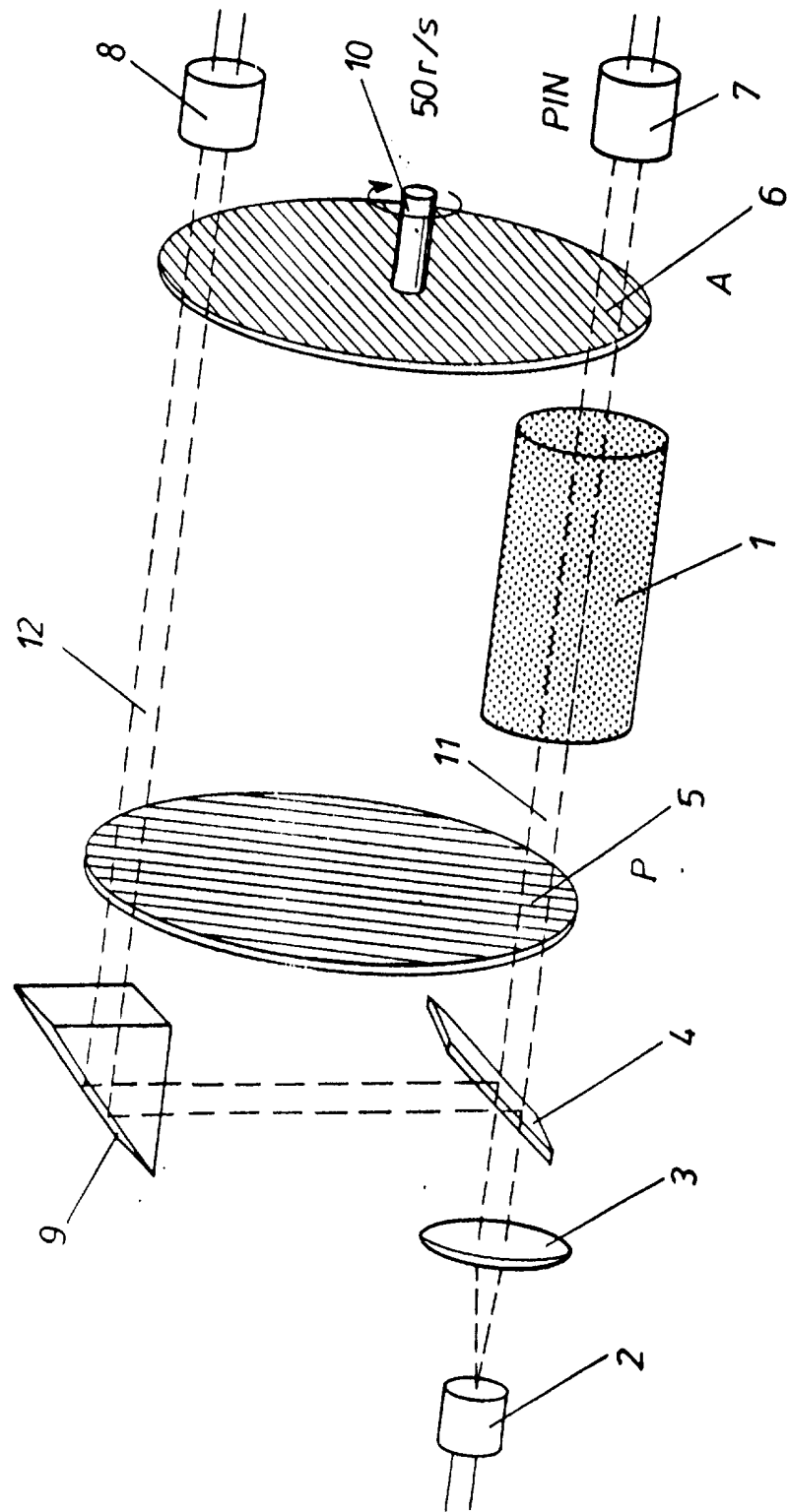


FIG. 1

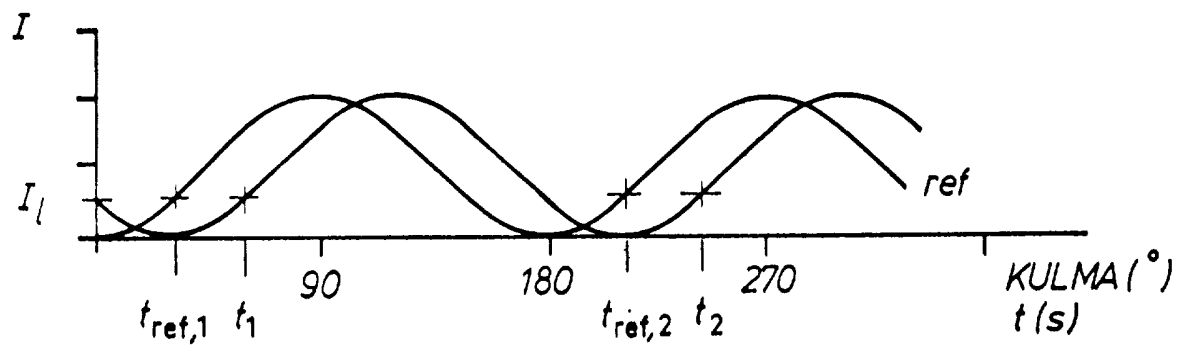


FIG. 2

