

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4793413号
(P4793413)

(45) 発行日 平成23年10月12日(2011.10.12)

(24) 登録日 平成23年8月5日(2011.8.5)

(51) Int. Cl. F I
GO 1 N 21/41 (2006.01) GO 1 N 21/41 B
GO 1 N 30/74 (2006.01) GO 1 N 30/74 Z

請求項の数 1 (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2008-195953 (P2008-195953)	(73) 特許権者	000001993
(22) 出願日	平成20年7月30日(2008.7.30)		株式会社島津製作所
	基礎とした実用新案登録		京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地
	実用新案登録第3117245号	(74) 代理人	100098671
原出願日	平成17年9月30日(2005.9.30)		弁理士 喜多 俊文
(65) 公開番号	特開2008-268233 (P2008-268233A)	(74) 代理人	100102037
(43) 公開日	平成20年11月6日(2008.11.6)		弁理士 江口 裕之
審査請求日	平成20年7月30日(2008.7.30)	(72) 発明者	中村 恭章
			京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会 社島津製作所内
		審査官	廣田 健介

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 示差屈折率検出器

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

測定光の光軸に対して傾斜した間壁で仕切られた2つのセルの一方を試料溶液、他方を参照溶液が通過するフローセルにスリットを通過してきた測定光を透過させ、その透過光をミラーにより反射させて再び前記フローセルを透過させた測定光を、分割された受光素子上をまたぐようにスリット像として結像させ、前記スリット像の変位を検出する示差屈折率検出器において、

測定試料に関するポラリティを設定するポラリティ設定部と、

前記受光素子上での前記スリット像を平行移動させるためのゼログラスを備え、

前記ポラリティ設定部の設定内容に基づいて前記ゼログラスを作動させあらかじめ前記スリット像をずらせる

ことを特徴とする示差屈折率検出器。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は液体クロマトグラフなどの分析装置で検出器として用いられる示差屈折率検出器に関するものである。

【背景技術】

【0002】

示差屈折率検出器では測定光の光軸に対して傾斜した間壁で仕切られた2つのセルを有

しその一方に試料溶液、他方に参照溶液が通過するフローセルと、このフローセルで屈折された測定光を受光する受光素子と、スリットを介して測定光をフローセルに照射し、フローセルからの測定光を受光素子へ導き、受光素子上にスリットの像を結像させる光学系とを備え、その受光素子上のスリット像の変位量から試料溶液の屈折率変化を検出する。

【0003】

図2は示差屈折率検出器の一例を概略的に表わしたものである。光源8からの光がスリット10を通して測定光12となり、フローセル16の前方に置かれたレンズ14を通してフローセル16に照射される。フローセル16は間壁18で仕切られた2つのセル20aと20bとからなり、セル20aは液流入口22iと流出口22oをもち、セル20bは液流入口24iと流出口24oをもっている。フローセル16の後方にはミラー26が配置され、フローセル16を透過した測定光がミラー26で反射され、再びフローセル16を透過するようになっている。フローセル16を透過したミラー26からの反射光はレンズ14により受光素子30上にスリット像として結像する。受光素子30上でのスリット像を平行移動させるためにゼログラス28が測定光の光路上に配置されている。ゼログラス28はモータ駆動回路34で駆動されるパルスモータ32により作動させて、受光素子30上のスリット像を平行移動させることができる。36は受光素子30の検出信号に基づいて屈折率変化を求めるための信号処理を行なう信号処理回路である。

【0004】

従来の示差屈折率検出器では、図3(A)に示されるようにスリット像6の移動方向(X方向)に垂直な直線4で2つの部分2-1と2-2に分割された受光素子が用いられており、その受光素子上のスリット像6の変位が検出されると、試料溶液の屈折率が増加すると、スリット像が例えば素子部分2-2側へ移動するとすると、信号処理回路では $S = C \cdot (s_2 - s_1) / (s_2 + s_1)$ を計算して出力している。ここで、 s_1 、 s_2 はそれぞれ受光素子部分2-1、2-2の検出出力であり、Cはある定数である。出力は試料の屈折率変化量に応じて変化する。この受光素子上ではスリット像6が図3(B)のように片側の受光素子部分にすべてが入ってしまうと信号が飽和してしまう。そのため測定開始時にはスリット像6が図3(A)のように分離用直線4をまたいで中央にくるように調整される。

【0005】

検出器として示差屈折の原理が用いられる分析装置の使用例は液体クロマトグラフであるが、液体クロマトグラフには分析と分取という2つの用途がある。分取の場合には比較的高濃度の試料が流されるため、分析用の高感度な示差屈折率検出器を用いると信号が飽和してしまう。そのため、示差屈折率検出器でフローセルを交換しなくても、受光素子とそれに続く信号処理回路によって、分析用と分取用というように高感度と低感度の両方の用途に対応できるように受光素子を4分割した示差屈折率検出器が提案されている。(特許文献1)

【特許文献1】特許第2504356号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

ゼログラスによりスリット像が受光素子の中央線をまたぐように調節(バランス)された位置をゼロとすると、試料を測定した際にはスリット像はプラス側或いはマイナス側のいずれかに移動する。一連の分析(分取)については、プラス側或いはマイナス側のいずれかのみを測定に使用されることが多い。実際の示差屈折率検出器においては、測定条件として設定されるものの1つにポラリティという設定項目があり、測定対象に応じてオペレータがこの設定項目を設定をし、その条件で一連の分析(分取)が行われる。ポラリティを(+)に設定すれば、プラス側の測定領域にスリット像が変位する試料を対象に測定をするという設定でゼロ点からプラス側への変化量を正として受光信号を処理し、(-)に設定すれば逆にゼロ点からマイナス側への変化量を正として受光信号を処理するのである。

10

20

30

40

50

【 0 0 0 7 】

ポラリティを(+)に設定して測定をする場合には、受光素子のマイナス側の測定領域は使用される割合が激減し、スリット像について受光領域をプラス側測定領域とマイナス側測定領域とを等しくすることは常にいずれかの測定領域が使用されない状態になっており、限られた受光領域が有効に利用されていないことになる。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 8 】

本発明者は鋭意研究の結果、受光素子の受光領域を有効に利用するための構成を見出した。すなわち、本願発明は、測定光の光軸に対して傾斜した間壁で仕切られた2つのセルの一方を試料溶液、他方を参照溶液が通過するフローセルにスリットを通過してきた測定光を透過させ、その透過光をミラーにより反射させて再び前記フローセルを透過させた測定光を、分割された受光素子上をまたぐようにスリット像として結像させ、前記スリット像の変位を検出する示差屈折率検出器において、測定試料に関するポラリティを設定するポラリティ設定部と、前記受光素子上での前記スリット像を平行移動させるためのゼログラスを備え、前記ポラリティ設定部の設定内容に基づいて前記ゼログラスを作動させ、あらかじめ前記スリット像をずらせることを特徴とする。

10

【 0 0 0 9 】

ポラリティ設定部の設定に基づいてゼログラスを作動させることにより、従来は分割された受光部分に等しくまたがっていたスリット像をいずれかの受光素子に偏在させることになる。

20

【 発明の効果 】

【 0 0 1 0 】

ポラリティ(+)の設定においてスリット像のバランスをあらかじめマイナス側に偏在させたので、プラス側に現れる信号を測定する範囲を広く確保することができ、その逆もまた同様の効果を得ることができる。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 1 1 】

図1に沿って本発明によるバランス位置調整の状態を説明する。試料溶液側セルと参照溶液側セルに同じ溶液(同じ屈折率を示す)が流通している状態においては、従来は(a)の如くスリット像が分割された受光領域に等しくまたがるようにバランスされる。本願発明を採用した示差屈折率検出器においては、オペレータが設定したポラリティに関する設定内容(+/-)で、どちらの測定領域を使用するかを判定することができるので、物質を検出したときに変位する方向とは反対方向にバランスをずらせる。ポラリティの設定内容を判定した制御部(図示せず)がモータ駆動部34を駆動させゼログラス28が作動される。本願発明によれば、ポラリティが(+)の設定の場合は(b)のように、(-)の設定の場合は(c)のようにバランスされる。すなわち、試料溶液側セルに対象物質が流入し、試料溶液側の液と参照溶液側の液の屈折率に差が生じたときにスリット像が変位することができる範囲を広く取るようにバランスされるのである。

30

【 0 0 1 2 】

測定が開始され、試料溶液側セルに対象物質が流入すると、試料溶液側の液と参照溶液側の液の屈折率に差が生じて、受光素子上に結像されるスリット像が変位し、その量に基づいて受光素子は信号を発生し、示差屈折率検出器として働く。

40

【 0 0 1 3 】

既述のように片側の受光素子部分にスリット像のすべてが入ってしまうと信号が飽和してしまうので、ポラリティの設定内容に従って、例えばプラス側測定領域とマイナス側測定領域からの信号の出力比が1:2(2:1)になるようにゼログラスを作動させるようにすれば良い。

【 0 0 1 4 】

上記実施例は本発明の単なる一例にすぎず、本発明の趣旨の範囲で適宜変更や修正したのも本発明に包含されることは明らかである。

50

【産業上の利用可能性】

【0015】

本願発明は、分析・分取の用に供される液体クロマトグラフ装置の検出器として用いられる。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】本発明の示差屈折率検出器の受光素子上でのスリット像の結像の様子を示す図である。

【図2】一般的な示差屈折率検出器の構成を示す図である。

【図3】一般的な示差屈折率検出器の原理を示す図である。

10

【符号の説明】

【0017】

2 - 1 素子部分

2 - 2 素子部分

6 スリット像

8 光源

10 スリット

12 測定光

14 レンズ

16 フローセル

20

18 間壁

20 a , b セル

22 i 液流入口

22 o 流出口

24 i 液流入口

24 o 流出口

26 ミラー

28 ゼログラス

30 受光素子

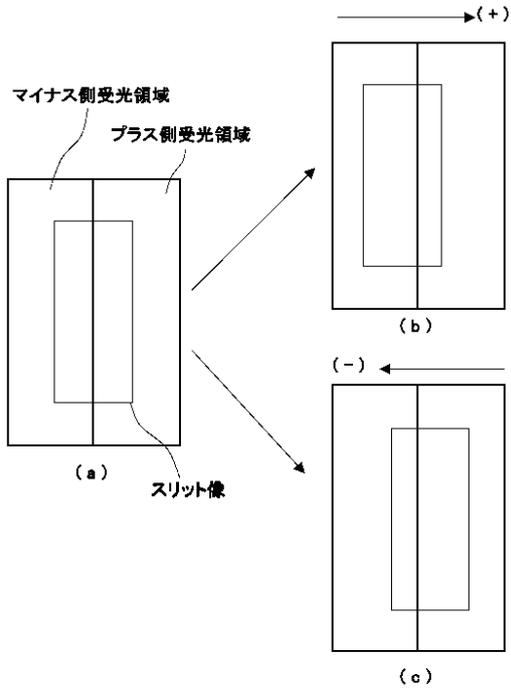
32 パルスモータ

30

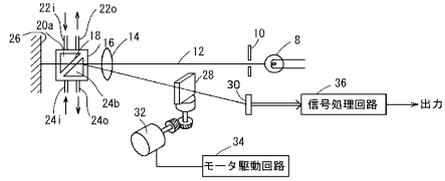
34 モータ駆動回路

36 信号処理回路

【図1】

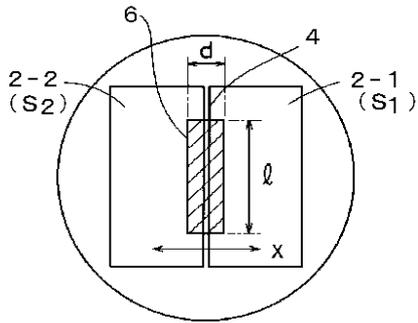


【図2】

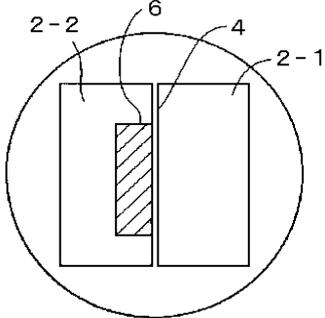


【図3】

(A)



(B)



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平05 - 288676 (JP, A)
特開平03 - 048161 (JP, A)
特開平04 - 065654 (JP, A)
特開2002 - 296181 (JP, A)
特開昭63 - 300941 (JP, A)
特開平06 - 317523 (JP, A)
特開平04 - 168347 (JP, A)
実開昭63 - 113944 (JP, U)
実開昭55 - 157753 (JP, U)
実開昭60 - 095546 (JP, U)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 21/00 - 21/61
G01N 30/74