

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 373 112**

51 Int. Cl.:

G01J 3/42 (2006.01)

G01J 3/28 (2006.01)

G01N 21/27 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06118323 .2**

96 Fecha de presentación: **02.08.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1750106**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **07.02.2007**

54 Título: **ESPECTROFOTÓMETRO PARA REALIZAR MEDICIONES CON UNA CÉLULA DE MEDIDA ABIERTA A LA LUZ AMBIENTAL.**

30 Prioridad:
04.08.2005 DE 102005037842

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
31.01.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
31.01.2012

73 Titular/es:
**HACH LANGE GMBH
KÖNIGSWEG 10
14163 BERLIN, DE**

72 Inventor/es:
**Haase, Barbara y
Steinhauer, Frank**

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 373 112 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Espectrofotómetro para realizar mediciones con una célula de medida abierta a la luz ambiental

La invención se refiere a un espectrofotómetro para la espectroscopía UV-VIS que es adecuado para efectuar mediciones con una célula de medida abierta.

5 Los espectrofotómetros para espectroscopia UV-VIS de las formas de construcción más diversas son conocidos por el estado de la técnica. En general disponen de una fuente de luz conmutable para suministrar un rayo de luz que se requiere para realizar la medición, existiendo un sistema óptico que conduce el rayo de luz generado en la fuente de luz a través de una célula de medida a un detector de luz. Por último los espectrofotómetros suelen disponer con frecuencia de una unidad de evaluación que por el lado de entrada está unida al detector de luz de la fuente de luz y que realiza el tratamiento de los valores de medición suministrados por el detector de luz.

10 En los espectrofotómetros conocidos, en particular en los aparatos (portátiles) para uso en el exterior, la célula de medida dispone de un sistema de cierre que cierra la célula de medida después de introducida la muestra y la apantalla durante la medición contra las influencias de la luz exterior. La muestra que se trata de medir se prepara por lo general en una cubeta. Para efectuar la medición es preciso por lo tanto accionar en primer lugar el sistema de cierre para abrir la célula de medida, colocar a continuación la muestra y después accionar de nuevo el sistema de cierre para cerrar la célula de medida. El procedimiento de medición es engorroso y propenso a fallos, por ejemplo si el sistema de cierre no apantalla la célula de medida en la medida deseada contra las influencias de la luz exterior, y esto no se percibe al efectuar la medición, se obtienen como consecuencia errores de medición. Además, precisamente en equipos para uso en el exterior el sistema de cierre puede quedar rápidamente dañado, con lo cual se produce el fallo del aparato. Por último, los costes de fabricación de los aparatos son superiores porque la instalación del dispositivo de cierre incrementa el tiempo de fabricación y los costes de material, y además hay que tener en cuenta al desarrollar los aparatos el espacio de construcción necesario para el sistema de cierre.

20 En el documento WO 97/08523 A se describe un espectrofotómetro que contiene por lo menos una fuente de luz para la irradiación de las muestras, la cual se puede encender y apagar. El aparato dispone además de un detector de luz, de una memoria y de un microcontrolador que están conectados entre sí.

25 En el documento WO 01/06232 A2 se describe un espectrofotómetro que realiza mediciones en un sistema de medición apantallado respecto a la luz exterior, manteniendo siempre encendida la fuente de luz (luz de referencia).

La invención se plantea ahora como objetivo superar los inconvenientes citados del estado de la técnica proporcionando un espectrofotómetro mejorado en este sentido.

30 Este objetivo se resuelve por medio del espectrofotómetro según la reivindicación 1. El espectrofotómetro según la reivindicación 1 contiene una fuente de luz conmutable para proporcionar un rayo de medida, un sistema óptico que conduce el rayo de medida a través de la célula de medida sobre un detector de luz, así como una unidad de evaluación que por su lado de entrada está unida al detector de luz y a la fuente de luz. El espectrofotómetro se caracteriza porque

35 (i) la unidad de evaluación dispone de un medio de memoria en el cual está registrado un valor de una intensidad de luz (I_0) de la fuente de luz, que se determinó mediante medición diferencial de una intensidad ($I_{0, \text{ein}}$) al estar encendida la fuente de luz y una intensidad ($I_{0, \text{aus}}$) estando apagada la fuente de luz, en ambos casos con la célula de medición sin cerrar,

40 (ii) la unidad de evaluación está diseñada para determinar en una muestra dispuesta en el camino del rayo de medición un valor de una intensidad de luz (I) que se determinó mediante medición diferencial de una intensidad (I_{ein}) estando encendida la fuente de luz y una intensidad (I_{aus}) estando apagada la fuente de luz, en ambos casos sin estar cerrada la célula de medida, y

(iii) la unidad de evaluación está diseñada para determinar mediante la formación de la diferencia entre las intensidades (I_0) e (I) un valor de la intensidad (I_{abs}) disminuida debido a la absorción del rayo de medida en la muestra.

45 Mediante el espectrofotómetro conforme a la invención se puede realizar por lo tanto una medición en una célula de medida abierta, es decir en una célula de medida en la que puede penetrar luz exterior de intensidad variable. Sorprendentemente se ha visto que bastan las medidas de diseño, de por sí sencillas, en el sector de la unidad de evaluación para poder suministrar resultados de medición para mediciones en el exterior suficientemente precisos para la práctica. Dado que el espectrofotómetro ya no tiene que disponer de ningún dispositivo de cierre que apantalle la célula de medida hacia el exterior durante la medición impidiendo la entrada de luz, el conjunto del procedimiento de medida se puede realizar con mayor rapidez en el tiempo. Naturalmente se puede renunciar a los dispositivos de cierre

de la célula de medida conocidos de la técnica, lo cual reduce los costes de fabricación, desarrollo y mantenimiento.

5 El espectrofotómetro conforme a la invención está diseñado para efectuar mediciones en el campo UV-VIS. Está concebido además como aparato de uso en el exterior, es decir que su peso, su diseño, su alimentación de energía, sus interfaces para los equipos periféricos y eventualmente su estructura modular deben permitir el empleo móvil del aparato. El espectrofotómetro está preparado especialmente como equipo de mano para empleo móvil. Un espectrofotómetro adecuado para los fines de la invención puede recurrir en su construcción a los sistemas de medida, elementos ópticos, componentes eléctricos, diseño de la carcasa, elementos de alimentación, unidades de evaluación y de control, etc., empleados en los aparatos usuales.

10 En el medio de memoria de la unidad de evaluación está registrado además un valor máximo de intensidad (I_{ein}) y/o de la intensidad (I_{aus}), y la unidad de evaluación está diseñada de tal modo que al alcanzar o al rebasar el valor máximo durante una medición, genere una señal de alarma. La señal de alarma se emite a través de una unidad de salida unida a la unidad de evaluación. Con las medidas citadas se puede evitar que, en el caso de que haya una intensidad de luz excesivamente intensa en el entorno, el detector de luz module en exceso y de este modo se pueda evitar un error de medida que eventualmente pueda producirse. A través de la unidad de salida se le puede pedir al usuario por ejemplo que repita la medición y reduzca durante ella la entrada de luz desde el exterior en la célula de medición, por ejemplo tapando la célula de medición con la mano.

15 De acuerdo con una realización preferente, el espectrofotómetro conforme a la invención se caracteriza porque se capta la intensidad (I_{ein}) en los últimos 10 a 50 ms antes de apagar la fuente de luz. Gracias a esta medida de diseño relativamente sencilla se puede asegurar que se mantienen reducidos los errores de medición causados por las variaciones de intensidad de la fuente de luz, ya que por lo general la fuente de luz se ha estabilizado al final del tiempo de activación (el tiempo durante el cual está encendida), en un nivel de intensidad sensiblemente constante. El tiempo de activación, es decir el período de tiempo que transcurre entre el encendido de la fuente de luz y el apagado de la fuente de luz está situado para esto preferentemente dentro de un campo entre 1 y 5 segundos, en particular entre 1,5 y 2,5 s.

20 Igualmente se prefiere que se capte la intensidad (I_{aus}) a los 50 a 500 ms después de apagar la fuente de luz. El límite superior citado del campo tiene en cuenta la circunstancia de que durante las mediciones en el exterior las variaciones de intensidad de luz en el entorno suelen ser relativamente escasas dentro de una ventana de tiempo de < 500 ms. El límite inferior tiene en cuenta la circunstancia de que la emisión de la fuente de luz no desaparece bruscamente después de apagar sino que las fuentes de luz convencionales para espectrofotometría por lo general al cabo de 50 ms presentan ya sólo una emisión despreciablemente reducida.

25 A continuación se describe la invención con mayor detalle sirviéndose de un ejemplo de realización y de los correspondientes dibujos. Éstos muestran:

la fig. 1 una disposición de principio de un espectrofotómetro adecuado para la invención;

la fig. 2 una variación típica de la señal de una medición realizada con un espectrofotómetro según la fig. 1, y

30 la fig. 3 una representación esquemática de los componentes del espectrofotómetro esenciales para la invención.

La fig. 1 ilustra la estructura de principio de un aparato de esta clase mediante una disposición de componentes elegidos de un espectrofotómetro. El espectrofotómetro de la figura 1 dispone de una fuente de luz 10 que emite un rayo de luz 12 que se conduce a través de diversos elementos ópticos y a través de la célula de medida 14, para incidir finalmente sobre un detector de luz 16. Para este fin la célula de medida 14 está diseñada para alojar una cubeta y orientarla en el camino del rayo. La fuente de luz 10 está realizada conmutable, es decir que mediante elementos de control adecuados se puede conmutar por lo menos entre los estados de funcionamiento de "encendido" y de "apagado". El detector de luz 16 capta la intensidad del rayo de medida 12 que incide sobre él y está diseñado en este caso principalmente para la captación de distintas longitudes de onda o campos de longitudes de onda del espectro UV-VIS. A la célula de medida 14 no le corresponde ningún dispositivo de cierre mediante el cual se tenga que impedir durante la medición la incidencia de luz del entorno.

La figura 2 muestra esquemáticamente una forma de variación de la señal que se puede tomar durante el uso debido del espectrofotómetro de la figura 1 y de la captación de una determinada longitud de onda en el detector de luz 18. Después de encender la fuente de luz, la intensidad de la luz aumenta rápidamente hasta alcanzar un valor máximo (I_{ein}) y se estabiliza en este nivel. En los espectrofotómetros para uso móvil, especialmente en los equipos de mano, el tiempo de activación Δt_1 es preferentemente de 1 a 5 segundos, muy preferentemente de 1,5 a 2,5 segundos. El tiempo de activación Δt_1 es el tiempo que transcurre entre el encendido y el apagado. Al final de este período de tiempo, o con mayor exactitud, en un momento t_1 situado en un intervalo de tiempo Δt_2 que tiene una duración de 10 a 50 ms, y que termina al apagar la fuente de luz 10, se determina la intensidad de la luz (I_{ein}) mediante el detector de luz

16. Después de apagar, la parte de intensidad de luz suministrada por la fuente de luz 10 disminuye rápidamente, y aproximadamente a los 50 a 500 ms después de apagar la fuente de luz 10 (intervalo de tiempo Δt_2) se lleva a cabo una segunda medición en un momento t_2 , durante la cual se determina la intensidad de luz residual (I_{aus}).

5 La figura 3 muestra esquemáticamente los componentes esenciales que se requieren para realizar la medición conforme a la invención. La fuente de luz 10 está unida a una unidad de evaluación 20 a través de una línea de señal. A través de esta línea de señal se puede transmitir el estado de actividad de la fuente de luz 10 a la unidad de evaluación 20, es decir que en la unidad de evaluación 20 se puede determinar por lo menos si la fuente de luz 10 está encendida o apagada. La unidad de evaluación 20 está unida además con el detector de luz 16 por medio de una línea de señal, de modo que los datos de medición de la intensidad de la luz captados en el detector de luz 16 se
10 suministran a la unidad de evaluación 20. Por último, la unidad de evaluación 20 está unida también con un medio de memoria 22 y de una unidad de salida 24 a través de líneas de señal. En la unidad de memoria 22 se pueden registrar entre otras las intensidades de luz que se han captado y que pueden volver a ser leídos por la unidad de evaluación 20. La unidad de salida 24 permite en determinadas situaciones de trabajo y de una forma que se explicará todavía con mayor detalle, la interacción con el usuario del espectrofotómetro.

15 En el medio de memoria 22 está registrado un valor correspondiente a una intensidad de luz (I_0) de la fuente de luz 10, que ha sido determinado mediante la medición de la diferencia de una intensidad de luz ($I_{0,ein}$) estando encendida la fuente de luz 10 y una intensidad de luz ($I_{0,aus}$) estando la fuente de luz 10 apagada, medidas ambas estando la célula de medida 14 sin cerrar. Los valores citados se pueden registrar en el medio de memoria 22 en cualquier momento, incluso pueden ser determinados y registrados por el fabricante antes de suministrar el aparato. Solamente es
20 necesario determinar de nuevo el valor (I_0) si se sustituye la fuente de luz 10.

Durante la aplicación móvil, la medición se realiza en la forma siguiente: la muestra que se trata de medir se introduce en forma disuelta en una cubeta y ésta se coloca en la célula de medida 14. Entonces se enciende la fuente de luz 10 mediante un interruptor de accionamiento que aquí no está representado y se activa durante unos 2 segundos. Poco antes de terminar el tiempo de encendido, concretamente unos 10 a 50 ms antes de apagar la fuente de luz 10, el
25 detector de luz 16 determina la intensidad de luz (I_{ein}) y la registra en la unidad de evaluación 20. Unos 50 a 500 ms después de apagar la fuente de luz 10 se realiza otra medición de la intensidad de la luz (I_{aus}) mediante el detector de luz 16, y también este valor se transmite a la unidad de evaluación 20. A partir de las intensidades (I_{ein}) e (I_{aus}), estando la fuente de luz 10 encendida o apagada, se determina en la unidad de evaluación 20 y mediante la formación de la diferencia un valor de la intensidad de la luz (I). Finalmente y mediante la formación de la diferencia entre las
30 intensidades (I_0) e (I) se calcula un valor de la intensidad (I_{abs}) disminuida debido a la absorción del rayo de medida 12 en la muestra. Este último valor puede suministrar de forma convencional información relativa al contenido de un determinado componente que se trata de medir, en la muestra.

En el caso de que la intensidad de la luz que incide del medio ambiente en la célula de medida, se impide la
sobremodulación del detector de luz por medio de un valor máximo registrado también en el medio de memoria 22. Esto
35 se consigue comparando este valor máximo con la intensidad (I_{ein}) y/o con la intensidad (I_{aus}), generando una señal de alarma en el caso de que se rebase el valor máximo. La señal de alarma se retransmite a la unidad de salida 24 que está conectada y después se emite p.ej. como señal acústica. Se le pedirá al usuario que reduzca la intensidad de la luz exterior, p.ej. colocando la mano sobre la célula de medida, y que repita la medición.

REIVINDICACIONES

1.- Espectrofotómetro, conteniendo

una fuente de luz conmutable para suministrar un rayo de medida,

un sistema óptico que conduce el rayo de medida a través de la célula de medida a un detector de luz,

5 y una unidad de evaluación que por el lado de entrada está unida al detector de luz y a la fuente de luz,

caracterizado porque

10 (i) la unidad de evaluación dispone de un medio de memoria en el cual está registrado un valor de una intensidad de luz (I_0) de la fuente de luz, que se determinó mediante medición diferencial de una intensidad ($I_{0, \text{ein}}$) al estar encendida la fuente de luz y una intensidad ($I_{0, \text{aus}}$) estando apagada la fuente de luz, en ambos casos con la célula de medición sin cerrar,

(ii) la unidad de evaluación está diseñada para determinar en una muestra dispuesta en el camino del rayo de medición un valor de una intensidad de luz (I) que se determinó mediante medición diferencial de una intensidad (I_{ein}) estando encendida la fuente de luz y una intensidad (I_{aus}) estando apagada la fuente de luz, en ambos casos sin estar cerrada la célula de medida, y

15 (iii) la unidad de evaluación está diseñada para determinar mediante la formación de la diferencia entre las intensidades (I_0) e (I) un valor de la intensidad (I_{abs}) disminuida debido a la absorción del rayo de medida en la muestra.

20 y porque en el medio de memoria de la unidad de evaluación está registrado un valor máximo de la intensidad (I_{ein}) y/o de la intensidad (I_{aus}), y porque la unidad de evaluación está diseñada para que al alcanzar o rebasar el valor máximo al realizar una medición se genere una señal de alarma que se emita a través de una unidad de salida unida a la unidad de evaluación.

2.- Espectrofotómetro según la reivindicación 1, **caracterizado porque** se determina la intensidad (I_{ein}) durante los últimos 10 a 50 ms antes de apagar la fuente de luz.

3.- Espectrofotómetro según la reivindicación 1, **caracterizado porque** se determina la intensidad (I_{aus}) a los 50 a 500 ms después de apagar la fuente de luz.

25

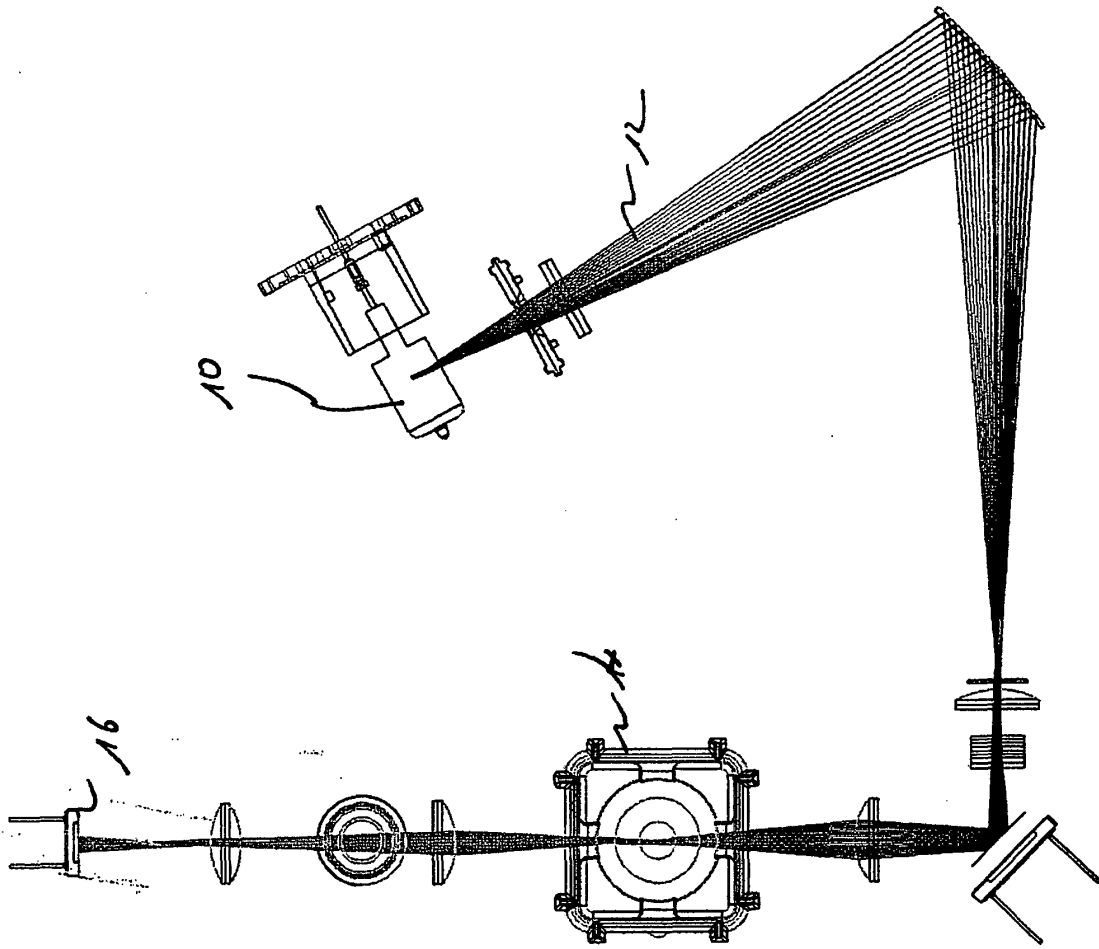


Fig. 1

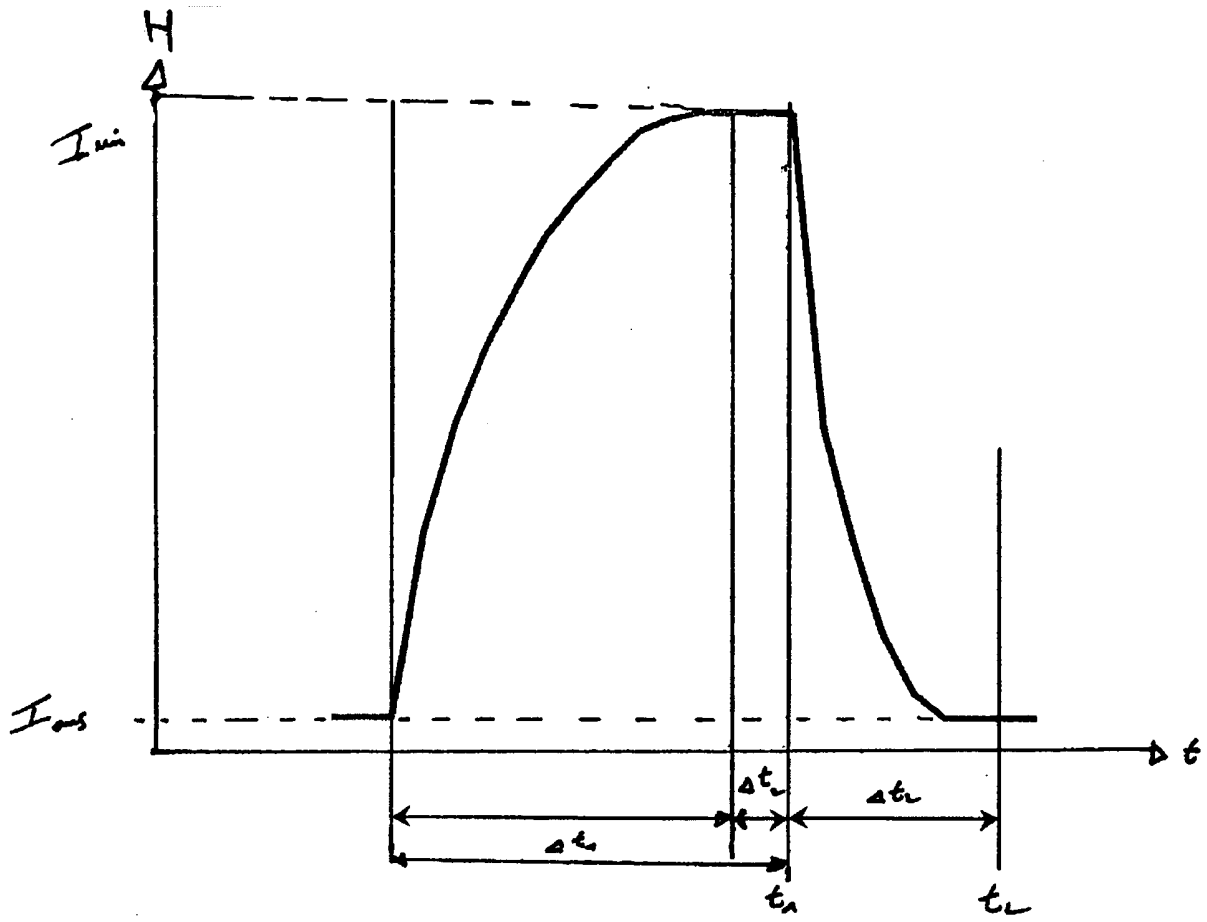


Fig. 2

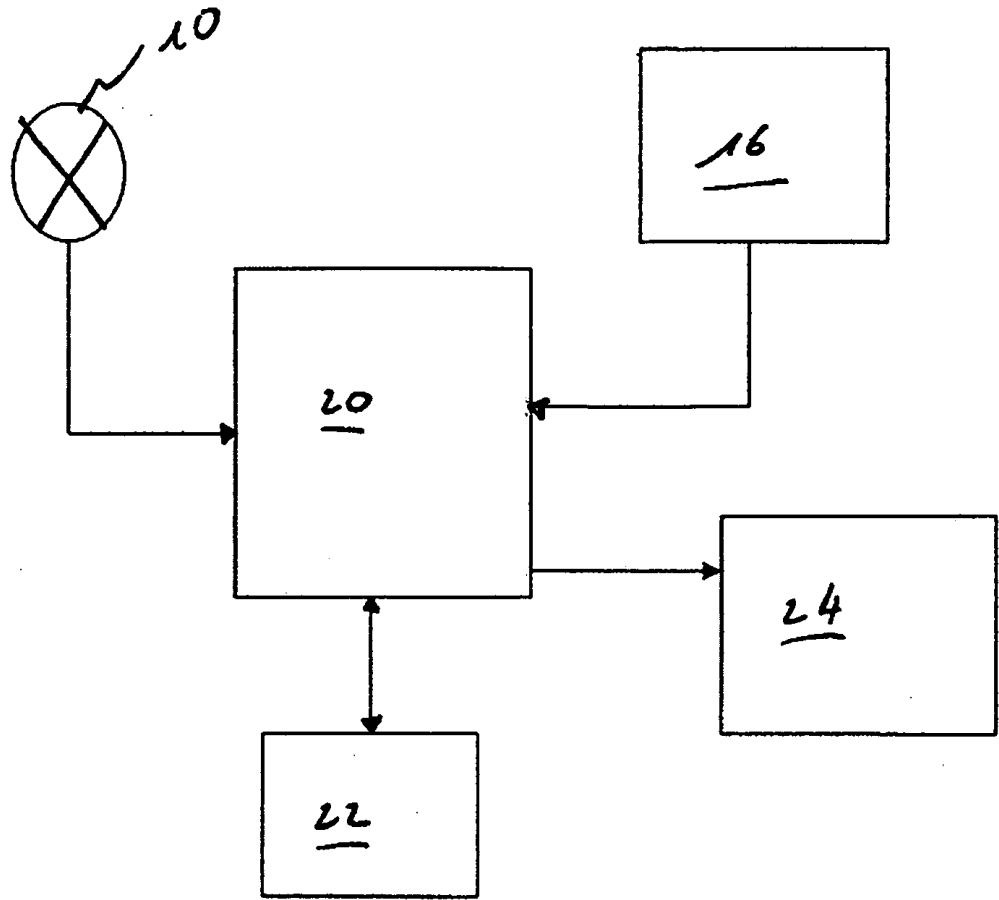


Fig 3