



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년03월03일
(11) 등록번호 10-1018789
(24) 등록일자 2011년02월23일

(51) Int. Cl.
G01N 30/12 (2006.01) G01N 30/16 (2006.01)
G01N 30/20 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2009-0015713
(22) 출원일자 2009년02월25일
심사청구일자 2009년02월25일
(65) 공개번호 10-2010-0096699
(43) 공개일자 2010년09월02일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020060036158 A
KR100207550 B1
JP07209272 A
US5637787 A

(73) 특허권자
한국원자력연구원
대전 유성구 덕진동 150-1
(72) 발명자
박순달
대전광역시 동구 가양2동 32-26번지
한선호
대전광역시 유성구 장대동 푸르지오아파트 103-1
송규석
대전광역시 유성구 관평동 금성백조예미지 아파트
803-901
(74) 대리인
이원희

전체 청구항 수 : 총 36 항

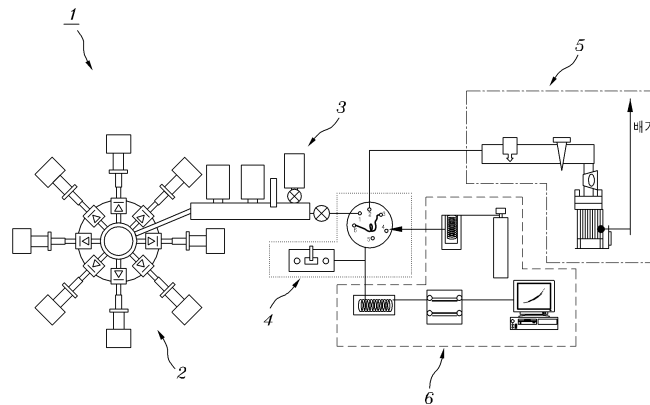
심사관 : 노영철

(54) 고진공다중 기체시료 도입부를 갖춘 음압기체 시료의 정량적 주입에 의한 회분식 기체크로마토그래피 측정장치

(57) 요약

본 발명은 음압으로 포집한 기체 시료의 정량적 주입에 의한 회분식 기체크로마토그래피 측정장치로서, 종래 방법으로는 측정이 불가능한 대기압 이하의 음압으로 포집한 기체 시료의 기체 크로마토그래피에 의한 조성 분리 및 측정을 위해 일정 용량의 시료 포집병에 음압으로 포집한 다수의 시료 포집병을 동시에 장치 할 수 있고 외부로부터 오염을 통제하고 기체 시료 자체의 순도를 유지할 수 있는 고진공다기관부와 상기 고진공다기관부에 도입된 기체를 순차적으로 확산, 체류시킬 수 있는 고진공 기체주입챔버부와 상기 고진공 기체주입챔버부에 도입된 기체를 정량적으로 자동 주입 할 수 있는 자동기체주입부와 상기 주입장치로부터 공급된 기체 시료의 조성을 분리하고 정량적으로 측정하는 기체크로마토그래피 측정부 및 상기 회분식 기체크로마토그래피 측정장치 전체의 진공, 배기를 유지하는 진공장치부로 이루어진 회분식 기체크로마토그래피 측정장치를 특징으로 한다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 525220-09
부처명 교육과학기술부
연구관리전문기관
연구사업명 기관고유사업
연구과제명 원자력산업화학분석지원
기여율
주관기관 한국원자력연구원
연구기간 2009.01.01 ~ 2009.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

음압으로 포집한 시료 혹은 표준기체의 포집병을 포함하는 고진공다기관부;기체확산저장배관을 포함하고, 상기 고진공다기관부로부터 도입된 시료 혹은 표준기체가 확산, 저장되는 고진공기체 주입챔버부;

상기 기체확산저장배관에 채류된 기체를 정량적으로 주입하는 자동기체주입부;

상기 자동기체주입부에 주입된 기체의 조성을 분리하고 각 성분을 정량적으로 측정하는 기체크로마토그래피 측정부;

상기 기체크로마토그래피 측정부에 고순도의 운반기체를 도입하기 위한 액체질소트랩;

진공, 배기를 유지하는 진공장치부;를 포함하고,

상기 고진공다기관부는 상기 고진공기체 주입챔버부에 결합되며,

상기 고진공기체 주입챔버부, 상기 액체질소트랩, 기체크로마토그래피 측정부 및 진공장치부는 자동기체주입부에 결합되는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 포집병에는 화학적 독성 기체 또는 방사성기체를 대기압 이하 음압으로 충전하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 고진공다기관부는 동시에 음압으로 포집한 시료 또는 표준기체 포집병을 다수개 체결할 수 있는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 다수개의 포집병은 8개인 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 5

제3항에 있어서,

상기 고진공다기관부의 중심부는 원형 배관을 추가로 포함하고,

상기 원형 배관은 다수개의 포집병과 결합되고 다수개의 상기 포집병은 서로간에 일정한 각도를 유지하면서 결합된 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 다수개의 포집병이 8개이고, 8개의 상기 포집병을 상기 원형배관에 연결하는 8개의 부착포트 및 상기 원형 배관과 상기 고진공기체 주입챔버부를 연결하는 기체출구포트를 추가로 포함하고,

8개의 상기 부착포트는 각기 일정한 각도를 유지하면서 서로 대향하는 부착포트와 일직선으로 형성된 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 부착포트는 대기 차단을 위한 온/오프식 전자 밸브를 포함하고,

상기 부착포트의 선단부에는 미세 입자를 여과할 수 있는 마이크로필터를 추가로 포함하며,

상기 선단부에는 상기 포집병을 원터치 방식의 오리엔타입으로 체결할 수 있는 플랜지를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 기체확산저장배관은 진공, 배기가 용이하도록 1.5인치 배관으로 구성되어 있고, 상기 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치의 진공도, 시료의 절대압력, 온도, 체적을 측정할 수 있는 진공센서, 절대압력센서, 온도센서 및 표준병이 결합되어 있는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 고진공기체 주입챔버부에 결합된 상기 센서들은 금속 가스켓을 사용한 메탈 씰링 방식으로 상기 기체확산저장배관에 연결되어 상기 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치의 진공도를 높인 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 10

제8항에 있어서, 상기 절대압력센서는 대기압 이하(760 토르)의 측정범위를 갖는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 11

제1항에 있어서, 상기 액체질소트랩은 헬륨 기체의 정제를 위해 5A 분자체를 충전한 U자형의 스테인레스스틸 칼럼인 U자 5A 분자체칼럼 및 단열된 액체질소 저장용기를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 12

제11항에 있어서, 상기 U자 5A 분자체칼럼의 상단은 미세한 입자의 유출, 유입을 방지할 수 있는 금속제 마이크로필터를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 13

제12항에 있어서, 상기 금속제 마이크로필터의 선단부는 다이어프램밸브를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 14

제1항에 있어서, 상기 자동기체주입부는 시료 혹은 표준기체를 로딩하고 로딩된 시료를 상기 기체크로마토그래피 측정부에 주입할 수 있는 자동주입 밸브를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 15

제14항에 있어서, 상기 자동주입밸브는 6-포트 밸브 및 상기 6-포트 밸브의작동을 위한 액튜에이터를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 16

제15항에 있어서, 상기 6-포트 밸브는 일정용량의 샘플루프를 포함하고,

상기 샘플루프는 외부에서 용이하게 탈착, 부착 가능한 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 17

제15항에 있어서, 상기 액츄에이터는 전기로 작동되며 온/오프형의 토글 스위치, 기체의 로딩 및 인젝션을 확인할 수 있는 로딩액정표시판 및 인젝션액정표시판을 포함하는 것을 특징으로하는 음압 포집 기체의 회분식 기체 크로마토그래피 측정장치.

청구항 18

제1항에 있어서, 상기 기체크로마토그래피 측정부는 시료 혹은 표준기체의 조성을 분리하는 칼럼, 분리한 기체 조성을 검출하는 검출기 및 검출한 결과를 계산하고 표시하는 분석자료출력부를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 19

제18항에 있어서, 상기 칼럼은 5A 분자체가 스테인레스스틸칼럼에 충전되어 있고, 온도조절이 가능한 오븐에 설치된 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 20

제19항에 있어서, 상기 오븐의 온도는 컴퓨터 프로그래밍을 통하여 온도의 상승 및 하강 속도 유지시간을 조절할 수 있는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 21

제18항에 있어서,

상기 검출기는 열전도도 검출기 또는 불꽃이온화검출기인 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 22

제18항에 있어서, 상기 검출기는 단열장치 내에 있고, 온도조절이 가능한 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 23

제1항 내지 제22항 중 어느 하나의 청구항에 있어서,

상기 배관 및 포트의 내부면은 1 마이크로미터 이하로 전해연마처리한 스테인레스스틸로 구성된 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 24

제1항에 있어서,

상기 진공장치부는 일체형 펌프를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 25

제24항에 있어서,

상기 진공장치부는 펌프의 작동 중단시 작동되는 안전밸브를 포함하고,

상기 안전밸브는 갑작스런 펌프의 작동 중단시 자동으로 대기압으로 배기하여 역류에 의한 배관 오염을 방지하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 26

제25항에 있어서,

상기 진공장치부는 솔레노이드 밸브 및 확산된 기체의 압력을 조절하기 위한 정밀미세밸브를 추가로 포함하는

것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 27

제18항에 있어서,

시료 혹은 표준기체 시료의 분리시 상기 칼럼의 온도를 상승, 하강시키기 위해, 상기 칼럼에 가열장치를 설치하고, 상기 칼럼의 온도를 상승, 하강시켜 고질량 기체의 분리 시간을 단축시킨 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 28

제6항에 있어서,

시료 혹은 표준기체 측정 후 상기 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치 내의 잔류 기체의 탈착 및 배기를 용이하게 하고 고속 고진공도 도달을 위해,

상기 배관 또는 포트를 가열시킬 수 있는 가열장치를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 29

제27항 또는 제28항에 있어서,

상기 가열장치는 히팅테이프, 열전대, 및 온도조절기를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치.

청구항 30

음압으로 포집한 시료 혹은 표준기체의 포집병을 고진공다기관부에 연결하는 연결단계;

상기 고진공다기관부와 연결된 고진공기체 주입챔버부로 상기 고진공다기관부로부터 도입된 시료 혹은 표준기체가 확산, 저장되는 확산·저장단계;

상기 고진공기체 주입챔버부의 기체확산저장배관에 채류된 기체를 정량적으로 자동기체주입부에 주입하는 주입단계;

상기 자동기체주입부에 주입된 기체의 조성을 분리하고 각 성분을 정량적으로 측정하는 기체크로마토그래피 측정부에 의한 측정단계;

상기 기체크로마토그래피 측정부에 고순도의 운반기체를 도입하기 위한 액체질소트랩을 통한 헬륨 공급단계; 및 진공, 배기를 유지하기 위해 진공장치부를 통한 진공·배기 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정방법.

청구항 31

제30항에 있어서,

상기 확산·저장 단계는 상기 진공, 배기 단계가 1.0E-4 토르에 도달하면, 배기를 중단하고, 상기 고진공다기관부로부터 도입된 시료 혹은 표준기체가 확산, 저장되는 단계인 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정방법.

청구항 32

제 30항에 있어서,

상기 확산·저장 단계의 압력 및 온도를 측정하는 압력·온도측정단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정방법.

청구항 33

제30항에 있어서,

상기 헬름 공급단계는 상기 운반기체인 헬름을 일정한 유속으로 공급하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정방법.

청구항 34

제30항에 있어서,

상기 측정단계는 기체의 분리면적이 도시되는 분석자료출력단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정방법.

청구항 35

제34항에 있어서,

상기 분석자료출력단계는 상기 분리면적을 표준기체의 농도에 대비하여 표준곡선을 작성하고 상기 표준곡선으로부터 기울기 및 절편을 산출하여 시료 기체의 농도를 정량적으로 산출하는 산출단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정방법.

청구항 36

제30항에 있어서,

전체 시스템의 배관내 습기 및 사용기체의 탈착을 위해 가열시키는 가열단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정방법.

명세서

발명의 상세한 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 기존의 방법으로는 정량적 주입 및 측정이 불가능한 대기압 이하 음압기체 시료의 조성을 분리하고 측정을 하기 위한 미량기체 시료의 정량적 주입장치를 갖춘 기체크로마토그래피 측정장치에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 일반적으로 기체크로마토그래피에 의한 기체 조성의 분리 및 측정시 일정용기에 대기압 이상의 양압으로 포집한 기체 시료를 실린저로 일정량 샘플링 하여 기체크로마토그래피의 주입구인 고무재질의 주입구(septum)를 통하여 주입하거나, 일정 유량으로 흐르는 기체를 기체크로마토그래피의 시료 주입구에 일정량 분배하게 구성하여 측정하게 된다. 즉 기체크로마토그래피에 의한 기체측정시 시료 기체의 압력이 대기압 이상의 양압 상태이어야 한다.

[0003] 그러나 일정 용기에 대기압 이하의 음압으로 채워진 기체 시료를 상기 실린저로 샘플링하거나 기체크로마토그래피의 시료 주입구에 바이패스하여 분배하게 되면 기체 시료의 음압 특성에 의해 기체시료를 정량적으로 샘플링 할 수 없을 뿐만 아니라 기체 시료의 조성 이외 다른 성분이 침투되어 오염을 일으킬 수 있으며 또한 기체의 정량적인 주입이 불가능하게 된다.

발명의 내용

해결하고자하는 과제

[0004] 본 발명의 목적은, 기존 방법으로는 기체크로마토그래피 측정이 불가능한 대기압 이하 음압으로 포집한 기체 시료의 기체크로마토그래피에 의한 조성 분리 및 측정을 위해 일정 용기에 음압으로 포집한 다수의 기체 시료 포집병을 동시에 체결 할 수 있는 다중기체시료 도입장치인 고진공다기관과 이에 연계한 고진공시료챔버부를 구성하여 일정 공간에 기체 시료를 확산, 저장하고 도입된 기체의 압력, 온도 및 체적을 정확하게 측정 할 수 있으며 또한 시료의 양 및 농도에 따라 샘플 루프의 용량을 선택하여 사용 할 수 있는 자동주입장치를 구성하여

기체크로마토그래피로 기체의 조성을 분리하고 정량적 측정을 할 수 있는 측정 장치 및 측정 방법을 제공하는 것에 있다.

과제 해결수단

- [0005] 본 발명은 음압으로 포집한 시료 혹은 표준기체의 포집병을 포함하는 고진공다기관부; 기체확산저장배관을 포함하고, 상기 고진공다기관부로부터 도입된 시료 혹은 표준기체가 확산, 저장되는 고진공기체 주입챔버부; 상기 기체확산저장배관에 채류된 기체를 정량적으로 주입하는 자동기체주입부; 상기 자동기체주입부에 주입된 기체의 조성을 분리하고 각 성분을 정량적으로 측정하는 기체크로마토그래피 측정부; 상기 기체크로마토그래피 측정부에 고순도의 운반기체를 도입하기 위한 액체질소트랩; 진공, 배기를 유지하는 진공장치부;를 포함하고, 상기 고진공다기관부는 상기 고진공기체 주입챔버부에 결합되며, 상기 고진공기체 주입챔버부, 상기 액체질소트랩, 기체크로마토그래피 측정부 및 진공장치부는 자동기체주입부에 결합되는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치이다.
- [0006] 본 발명에 따르면, 상기 포집병에는 화학적 독성 기체 또는 방사성기체를 대기압 이하 음압으로 충전하는 것을 특징으로 한다.
- [0007] 본 발명에 따르면, 상기 고진공다기관부는 동시에 음압으로 포집한 시료 또는 표준기체 포집병을 다수개 체결할 수 있는 것을 특징으로 한다.
- [0008] 본 발명에 따르면, 상기 다수개의 포집병은 8개인 것을 특징으로 한다.
- [0009] 본 발명에 따르면, 상기 고진공다기관부의 중심부는 원형 배관을 추가로 포함하고, 상기 원형 배관은 다수개의 포집병과 결합되고 다수개의 상기 포집병은 서로간에 일정한 각도를 유지하면서 결합된 것을 특징으로 한다.
- [0010] 본 발명에 따르면, 상기 다수개의 포집병이 8개이고, 8개의 상기 포집병을 상기 원형배관에 연결하는 8개의 부착포트 및 상기 원형배관과 상기 고진공기체 주입챔버부를 연결하는 기체출구포트를 추가로 포함하고, 8개의 상기 부착포트는 각기 일정한 각도를 유지하면서 서로 대향하는 부착포트와 일직선으로 형성된 것을 특징으로 한다.
- [0011] 본 발명에 따르면, 상기 부착포트는 대기 차단을 위한 온/오프식 전자 밸브를 포함하고, 상기 부착포트의 선단부에는 미세 입자를 여과할 수 있는 마이크로필터를 추가로 포함하며, 상기 선단부에는 상기 포집병을 원터치 방식의 오퍼타입으로 체결할 수 있는 플랜지를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0012] 본 발명에 따르면, 상기 기체확산저장배관은 진공, 배기가 용이하도록 1.5인치 배관으로 구성되어 있고, 상기 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치의 진공도, 시료의 절대압력, 온도, 체적을 측정할 수 있는 진공센서, 절대압력센서, 온도센서 및 표준병이 결합되어 있는 것을 특징으로 한다.
- [0013] 본 발명에 따르면, 상기 고진공기체 주입챔버부에 결합된 상기 센서들은 금속 가스켓을 사용한 메탈 셸링 방식으로 상기 기체확산저장배관에 연결되어 상기 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치의 진공도를 높인 것을 특징으로 한다.
- [0014] 본 발명에 따르면, 상기 절대압력센서는 대기압 이하(760 torr)의 측정범위를 갖는 것을 특징으로 한다.
- [0015] 본 발명에 따르면, 상기 액체질소트랩은 헬륨 기체의 정제를 위해 5A 분자체를 충전한 U자형의 스테인레스스틸 칼럼인 U자 5A 분자체칼럼 및 단열된 액체질소 저장용기를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0016] 본 발명에 따르면, 상기 U자 5A 분자체칼럼의 상단은 미세한 입자의 유출, 유입을 방지할 수 있는 금속제 마이크로필터를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0017] 본 발명에 따르면, 상기 금속제 마이크로필터의 선단부는 다이아프램밸브를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0018] 본 발명에 따르면, 상기 자동기체주입부는 시료 혹은 표준기체를 로딩하고 로딩된 시료를 상기 기체크로마토그래피 측정부에 주입할 수 있는 자동주입 밸브를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0019] 본 발명에 따르면, 상기 자동주입밸브는 6-포트 밸브 및 상기 6-포트 밸브의작동을 위한 액츄에이터를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0020] 본 발명에 따르면, 상기 6-포트 밸브는 일정용량의 샘플루프를 포함하고, 상기 샘플루프는 외부에서 용이하게 탈착, 부착 가능한 것을 특징으로 한다.

- [0021] 본 발명에 따르면, 상기 액츄에이터는 전기로 작동되며 온/오프형의 토글 스위치, 기체의 로딩 및 인젝션을 확인할 수 있는 로딩액정표시판 및 인젝션액정표시판을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0022] 본 발명에 따르면, 상기 기체크로마토그래피 측정부는 시료 혹은 표준기체의 조성을 분리하는 칼럼, 분리한 기체 조성을 검출하는 검출기 및 검출한 결과를 계산하고 표시하는 분석자료출력부를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0023] 본 발명에 따르면, 상기 칼럼은 5A 분자체가 스테인레스스틸칼럼에 충전되어 있고, 온도조절이 가능한 오븐에 설치된 것을 특징으로 한다.
- [0024] 본 발명에 따르면, 상기 오븐의 온도는 컴퓨터 프로그래밍을 통하여 온도의 상승 및 하강 속도 유지시간을 조절할 수 있는 것을 특징으로 한다.
- [0025] 본 발명에 따르면, 상기 검출기는 열전도도 검출기 또는 불꽃이온화검출기인 것을 특징으로 한다.
- [0026] 본 발명에 따르면, 상기 검출기는 단열장치 내에 있고, 온도조절이 가능한 것을 특징으로 한다.
- [0027] 본 발명에 따르면, 상기 배관 및 포트의 내부면은 1 마이크로미터 이하로 전해연마처리한 스테인레스스틸로 구성된 것을 특징으로 한다.
- [0028] 본 발명에 따르면, 상기 진공장치부는 일체형 펌프를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0029] 본 발명에 따르면, 상기 진공장치부는 펌프의 작동 중단시 작동되는 안전밸브를 포함하고, 상기 안전밸브는 갑작스런 펌프의 작동 중단시 자동으로 대기압으로 배기하여 역류에 의한 배관 오염을 방지하는 것을 특징으로 한다.
- [0030] 본 발명에 따르면, 상기 진공장치부는 솔레노이드 밸브 및 확산된 기체의 압력을 조절하기 위한 정밀미세밸브를 추가로 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0031] 본 발명에 따르면, 시료 혹은 표준기체 시료의 분리시 상기 칼럼의 온도를 상승, 하강시키기 위해, 상기 칼럼에 가열장치를 설치하고, 상기 칼럼의 온도를 상승, 하강시켜 고질량 기체의 분리 시간을 단축시킨 것을 특징으로 한다.
- [0032] 본 발명에 따르면, 시료 혹은 표준기체 측정 후 상기 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정장치 내의 잔류 기체의 탈착 및 배기를 용이하게 하고 고속 고진공도 도달을 위해, 상기 배관 또는 포트를 가열시킬 수 있는 가열장치를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0033] 본 발명에 따르면, 상기 가열장치는 히팅테이프, 열전대, 및 온도조절기를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0034] 본 발명은 음압으로 포집한 시료 혹은 표준기체의 포집병을 고진공다기관부에 연결하는 연결단계; 상기 고진공다기관부와 연결된 고진공기체 주입챔버부로 상기 고진공다기관부로부터 도입된 시료 혹은 표준기체가 확산, 저장되는 확산·저장단계; 상기 고진공기체 주입챔버부의 기체확산저장배관에 체류된 기체를 정량적으로 자동기체 주입부에 주입하는 주입단계; 상기 자동기체주입부에 주입된 기체의 조성을 분리하고 각 성분을 정량적으로 측정하는 기체크로마토그래피 측정부에 의한 측정단계; 상기 기체크로마토그래피 측정부에 고순도의 운반기체를 도입하기 위한 액체질소트랩을 통한 헬륨 공급단계; 및 진공, 배기를 유지하기 위해 진공장치부를 통한 진공·배기 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 음압 포집 기체의 회분식 기체크로마토그래피 측정방법이다.
- [0035] 본 발명에 따르면, 상기 확산·저장 단계는 상기 진공, 배기 단계가 1.0E-4 토르에 도달하면, 배기를 중단하고, 상기 고진공다기관부로부터 도입된 시료 혹은 표준기체가 확산, 저장되는 단계인 것을 특징으로 한다.
- [0036] 본 발명에 따르면, 상기 확산·저장 단계의 압력 및 온도를 측정하는 압력·온도측정단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0037] 본 발명에 따르면, 상기 헬륨 공급단계는 상기 운반기체인 헬륨을 일정한 유속으로 공급하는 것을 특징으로 한다.
- [0038] 본 발명에 따르면, 상기 측정단계는 기체의 분리면적이 도시되는 분석자료출력단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0039] 본 발명에 따르면, 상기 분석자료출력단계는 상기 분리면적을 표준기체의 농도에 대비하여 표준곡선을 작성하고 상기 표준곡선으로부터 기울기 및 절편을 산출하여 시료 기체의 농도를 정량적으로 산출하는 산출단계를 포

합하는 것을 특징으로 한다.

[0040] 본 발명에 따르면, 전체 시스템의 배관내 습기 및 사용기체의 탈착을 위해 가열시키는 가열단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 한다.

효과

[0041] 본 발명에 따른 음압 기체 시료의 정량적 주입장치를 갖춘 회분식 기체크로마토그래피 측정장치는 기존의 기체 크로마토그래피 시료 주입법으로 시료 주입이 불가능한 음압의 기체시료를 시료의 순도를 유지하면서 정량적으로 자동 주입하여 측정 할 수 있으며, 시료의 양 및 농도 등의 특성에 따라 샘플루프의 용량을 선택하여 사용할 수 있고 동시에 8개의 시료 혹은 표준기체 포집병을 부착 할 수 있는 고진공다기관을 사용함으로써 시료의 순도를 유지하면서 효율적으로 측정할 수 있는 장점이 있다. 또한 고진공다기관부의 각 배관에는 독립적으로 대기와 차단 할 수 있는 온/오프형 전자식 밸브가 장치되어 있으므로 장치의 진공도를 유지한 상태에서 기 분석한 시료 포집병을 분리하여 시료를 포집하고 준비할 수 있으므로 측정시간을 단축시킬 수 있는 장점이 있다.

[0042] 특히 화학적 독성기체나 방사성기체 시료 채취시 일정한 시료 포집병에 대기압 이상의 양압으로 포집하면 누설 위험이 있으며 이때 일정용기에 대기압 이하 음압으로 기체 시료를 포집하여 본 발명과 같은 음압기체의 정량적 주입장치를 갖춘 회분식 기체크로마토그래피 측정장치를 사용함으로써 경제적이고 안전한 측정이 가능하게 된다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0043] 본 발명에 따른 음압 기체 시료의 정량적 주입장치를 갖춘 회분식 기체크로마토그래피 측정장치는, 동시에 8개의 미지 시료 혹은 표준기체를 장착할 수 있는 고진공다기관부와, 이 고진공다기관부와 연계되어 다기관부내의 기체를 확산 저장하는 고진공 시료주입챔버와 이 주입챔버와 연결되어 일정량의 기체를 포집하고 기체크로마토그래피로 주입하는 자동 주입장치와 측정시스템 전체를 배기시켜 고진공을 유지하는 진공 배기 장치 및 관련 센서와 기체시료의 조성을 분리하고 측정하는 기체크로마토그래피 측정부를 포함하여 이루어진다.

[0044] 여기에서 상기 고진공다기관부에는 동시에 8개의 시료 혹은 표준기체를 체결 할 수 있는 8개의 포트와 1개의 시료 출구 배관이 중심의 원형배관에 각각 연결되어 있으며 시료 혹은 표준기체를 장착하는 8개의 포트에는 각각 1개의 온/오프형 전자식 자동밸브가 장치되어 있고 배관 끝단에 미세 입자를 여과할 수 있는 금속체의 마이크로 필터가 부착되어 있으며 이 필터의 끝단에는 기체 포집병을 오리엔탈입의 원터치 방식으로 체결할 수 있는 플랜지가 구성되어 있는 것이 바람직하다.

[0045] 상기 고진공다기관부 중심부의 원형배관과 8개의 시료 혹은 표준기체 장착을 위한 일자형 배관과 1개의 출구배관은 일정 각도를 유지하며 기밀성을 유지한 오토웰딩으로 결합되어 있으며 또한 출구배관의 다른 끝은 고진공 시료주입챔버 입구에 오토웰딩 방식으로 용접되어 있다.

[0046] 고진공시료주입챔버부의 기체확산저장배관은 상대적으로 큰 배관(1.5인치)으로 구성되어 있으며 여기에는 장치의 진공도, 기체 시료의 압력, 온도 및 체적을 측정할 수 있는 진공센서, 절대압 센서, 온도센서 및 표준병이 설치되어 있다.

[0047] 장치의 진공에는 오일을 사용하지 않은 터보펌프 및 다이어프램 펌프 일체형의 펌프를 사용하며 진공장치부에는 온/오프형 솔레노이드밸브, 기체 압력 미세조절용의 정밀밸브 및 펌프의 비정상적인 정지시 역류방지용 안전밸브를 포함한다.

[0048] 자동주입장치에는 일정량의 시료 혹은 표준기체를 정량적으로 자동 주입할 수 있는 6-포트 밸브와 밸브의 작동을 위한 액츄에이터가 장치되어 있으며 여기에는 시료의 특성에 따라 시료의 주입량을 선택 할 수 있는 샘플루프를 용이하게 탈착 혹은 부착 할 수 있게 구성되어 있다. 상기 6-포트 밸브의 한쪽은 고진공 시료 주입 챔버의 출구부와 연결되어 있고 다른 한쪽은 진공배기 장치와 연결되어 있다. 또한 다른 한쪽은 기체크로마토그래피의 운반기체인 헬륨이 주입되며 다른 한쪽은 기체크로마토그래피의 5A 분자체칼럼에 연결되어 검출기를 통하여 배기되도록 구성 되어 있다. 샘플루프는 상기 4개 포트 이외의 나머지 가운데 2개 포트에 연결되어 시료 혹은 표준기체를 주입하게 되며 샘플루프의 용량을 선택하여 용이하게 부착할 수 있도록 구성되어 있다.

[0049] 상기 액츄에이터는 6-포트 밸브의 기체흐름을 로딩 혹은 인젝션 방향으로 전환하는 장치이며 전기에 의해 작동된다. 또한 이 액츄에이터에는 온, 오프형의 토글 스위치가 장치되어 있고 이 토글 스위치는 기체의 흐름을 로딩 혹은 인젝션 방향으로 전환시키는 역할을 하며 항상 중립 위치에 있다. 또한 액츄에이터에는 기체의 흐름을

로딩 혹은 인젝션 방향으로 지시하는 두 개의 액정표시판이 장치되어 있다.

- [0050] 운반기체인 헬륨을 정제하기 위한 액체질소트랩은 5A 분자체를 충전한 U 자형 스테인레스스틸 칼럼, 단열장치를 갖춘 액체 질소저장용기 및 액체질소로 구성되어 있다.
- [0051] 기체크로마토그래피에 주입된 기체 시료는 5A 분자체를 충전한 스테인레스스틸에 의해 분리되며 이 칼럼은 온도 조절이 가능한 기체크로마토그래피의 오븐에 내장되어 있는 것이 바람직하다.
- [0052] 기체크로마토그래피의 검출기는 기체 시료의 구성에 따라 선택하여 사용 할 수 있도록 열전도도검출기 및 불꽃이온화검출기의 2개로 구성되어 있으며 기체크로마토그래피 오븐내에 설치되어 있고 일정 온도 유지와 컴퓨터에 의한 온도조절이 가능하도록 구성되어 있다.
- [0053] 시료 혹은 표준기체 측정 후 본 발명 측정장치 배관내 잔류기체 탈착 및 수분을 제거하여 빠른 시간내에 시스템의 고진공유지가 가능하도록 가열장치가 구비되어 있다.
- [0054] 상기 가열장치는 바람직하게는 히팅 테이프로서 본 발명의 측정 장치의 원하는 위치, 예를 들면, 배관이나 포집병을 감싸서 가열한다.
- [0055] 기체크로마토그래피의 작동 및 측정 결과의 계산, 출력 등이 가능한 운영프로그램과 관련 하드웨어가 구비되어 있다.
- [0056] 이하 첨부된 도면을 참조로 하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 첨부된 도면은 본 발명의 이해를 위하여 예시된 것이고, 따라서 본 발명의 기술적 사상이 이에 한정되지 않고 다양하게 변경될 수 있음을 당업자라면 자명하게 알 수 있을 것이다.
- [0057] 도 1은 본 발명에 따른 음압 기체 시료의 정량적 주입장치를 갖춘 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)의 전체구성을 개략적으로 도시한 도면이다.
- [0058] 도 1에 도시되어 있는 바와 같이, 본 발명의 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)는 시료 혹은 표준기체를 도입하는 고진공다기관부(2)와 상기 고진공다기관부(2)와 연결되어 도입된 시료 혹은 표준기체를 확산, 저장하는 고진공기체주입챔버(3) 및 상기 고진공기체주입챔버(3)와 연결되어 일정량의 기체를 샘플링하여 주입하는 자동기체주입부(4) 및 상기 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)의 진공, 배기를 유지하는 진공장치부(5) 및 주입된 기체의 구성을 분리하고 정량하는 기체크로마토그래피 측정부(6)를 포함한다.
- [0059] 도 2는 고진공다기관부(2)의 상세도이다. 상기 고진공다기관부(2)는, 다수의 시료 혹은 표준기체를 포집한 포집병(7)을 체결하여 측정 장치의 목표 진공도에 도달했을 때 포집병(7)의 기체를 확산시켜 고진공 기체주입챔버(3)로 도입하는 장치를 말한다.
- [0060] 상기 고진공다기관부(2)는 원형의 배관지지대(8) 중심에 스테인레스스틸의 원형 배관(9)이 부착되어 있으며 이 원형 배관(9)에는 8개의 시료 포집병 부착포트(10)와 1개의 기체출구 포트(11)가 일정각도의 거리를 유지하며 배열되어 있다. 9개의 배관 중 8개의 부착포트(10)에는 일정한 위치에 대기 차단을 위한 전자식 온/오프형 밸브(12)가 부착되어 있으며 또한 부착포트(10)의 선단에는 미세입자를 여과할 수 있는 마이크로 필터(13)가 장치되어 있고 그 끝에 오링(14)으로 기체 포집병(7)과 체결할 수 있는 플렌지(15)가 부착된 것을 특징으로 한다.
- [0061] 9개의 포트중 8개의 포집병 부착 포트(10)를 제외한 나머지 한 개인 기체출구 포트(11)의 일단은 고진공다기관부(2)와 연결되어 기체를 고진공기체주입챔버(3)로 확산시키는 기체출구의 역할을 하며, 상기 기체 출구 포트(11)의 타단은 고진공기체 주입챔버부(3)의 기체확산저장배관(18) 입구에 결합되고, 바람직하게는 오토웰딩 타입으로 용접 연결되며, 기체확산저장배관(18)을 통하여 시료 혹은 표준기체가 고진공기체 주입챔버부(3)로 확산, 저장된다.
- [0062] 도 3에 따르면, 상기 고진공다기관부(2)에 장착하는 기체 포집병(7)은 원통형의 스테인레스스틸 재질로 내용적 약 20 ml의 시료 저장용기이며 그 일단에 1/4인치 스테인레스스틸 튜브 및 다이아프램밸브(16)가 순차로 연결되고 다이아프램밸브(16)는 금속 가스킷의 메탈씰링 방식으로 시료 저장용기에 체결되며 상기 다이아프램밸브(16)에 연결된 스테인레스스틸 튜브의 단부에는 다중 시료 도입부의 부착포트(10)에 용이하게 접속될 수 있도록 오링 타입의 플렌지(15)가 체결되어 있다.

- [0063] 고진공다기관부(2)의 원형의 중심배관(9) 및 8개의 포집병 부착포트(10) 및 1개의 기체출구포트(11)의 크기는 1/2인치인 것이 바람직하다.
- [0064] 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)에 설치된 모든 포트 및 배관은 바람직하게는 내부 조도 1 마이크로 이하로 전해연마처리한 스테인레스스틸 튜브로 구성된다.
- [0065] 도 4에 따르면, 상기 고진공기체 주입챔버부(3)의 기체확산저장배관(18)은 상대적으로 큰 배관(1.5 인치)으로 구성되며 미량의 기체 시료 측정 효율을 높이기 위해 모든 배관연결 부위 및 배관 자체의 길이는 가능한 최소 길이로 하여 데드 볼륨(dead volume)을 줄일 수 있도록 구성된 것을 특징으로 한다.
- [0066] 상기 고진공기체 주입챔버부(3)에는 본 발명의 측정장치의 진공도를 측정하는 진공센서(19), 기체 시료의 절대 압력을 측정하는 절대압 센서(20), 온도를 측정하는 온도센서(21) 및 기체 체적 측정을 위한 표준병(22) 등이 부착되어 있으며 가능한 데드 볼륨을 줄이도록 설계되어 있고 따라서 기체확산저장배관(18)의 내용적도 기체의 측정 효과를 유지할 수 있는 최소한의 내용적이 되도록 구성하는 특징을 갖는다.
- [0067] 또한 고진공기체 주입챔버부(3)의 배관과 각종 센서의 연결은 금속 가스켓을 사용한 메탈 셸링 방식으로 부착하여 장치의 진공도를 높이도록 구성하는 것이 바람직하다.
- [0068] 도 5에 따르면, 기체확산저장배관(18)의 다른 끝은 상대적으로 가는 배관(1/2인치)을 사용하여 자동기체주입부(4)의 6-포트 밸브(24)의 1번 포트에 연결된다. 이 연결에는 고진공 리듀서 및 관련 부품을 사용하여 스웨이록 타입으로 연결하는 특징을 갖는다.
- [0069] 자동기체주입부(4)는 6-포트 밸브(24) 및 밸브를 작동시키는 액츄에이터(25)를 포함한다. 6-포트 밸브(24)에는 시료 또는 표준기체를 주입하고 방출하는 2개의 포트(1번, 2번 포트), 운반기체를 주입하고 방출하는 2개 포트(4번, 5번 포트), 및 시료 또는 표준기체를 로딩하는 샘플루프(26)를 연결하는 2개의 포트(3번, 6번 포트)를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0070] 샘플루프(26)는 6-포트 밸브(24) 외부에서 연결되며 필요에 따라 내부 용량이 다른 샘플루프를 용이하게 탈착, 부착 가능하도록 구성되어 있다.
- [0071] 6-포트 밸브(24)의 작동은 전기를 사용한 액츄에이터(25)에 의해 작동되며 온/오프 형식의 토글 스위치(27)로 샘플 루프(26)의 시료 혹은 표준기체를 로딩 혹은 로딩된 시료의 기체크로마토그래피 측정부(6)로의 주입이 가능하다.
- [0072] 액츄에이터(25)에는 온/오프 형식의 토글 스위치(27) 및 로딩 방향을 지시하는 로딩 액정표시판(28)과 인젝션 방향을 지시하는 인젝션 액정표시판(29)이 부착되어 있다. 토글 스위치(27)는 항상 중립상태의 위치에 있으며 로딩 혹은 인젝션 후 스위치가 중립상태로 전환되는 특징을 갖는다.
- [0073] 도 5a에 따르면, 샘플루프(26)에 시료 혹은 표준기체 로딩시 도 5a와 같은 기체흐름으로 샘플루프(26)에 일정량의 기체가 로딩된다.
- [0074] 도 5b에 따르면, 샘플루프(26)에 로딩된 시료 혹은 표준기체의 기체크로마토그래피 측정부(6)로의 인젝션시 도 5b와 같은 기체흐름으로 기체크로마토그래피 측정부(6)에 일정량의 기체가 인젝션된다.
- [0075] 도5c에 따르면, 샘플루프(26)는 가는 스테인레스스틸 튜브(1/16인치)로 되어 있으며 내부 용량이 표준검증되어 있다. 이 스테인레스스틸 튜브의 양 쪽 끝에는 삽입형의 고기밀성 스웨이록이 달려 있으며 이것으로 6-포트밸브(24)의 3번, 6번 포트에 연결된다.
- [0076] 샘플루프(26)는 시료의 특성에 따라 각기 다른 용량의 것을 6-포트밸브(24)의 외부에서 용이하게 교환될 수 있는 특징을 갖는다.
- [0077] 도 6에 따르면, 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)의 진공장치부(5)에는 다이어프램 및 터보 일체형의 펌프(30)를 연결하여 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)를 진공, 배기한다. 이 펌프는 오일을 사용하지 않은 드라이펌프로 오작동시 측정시스템 배관의 오일 오염을 방지할 수 있는 특징을 갖는다.
- [0078] 상기 진공장치부(5)는 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)의 전원 공급과 동시에 작동되는 솔레노이드밸브(31), 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)에 확산된 기체의 압력을 조절하기 위한 정밀 미세 밸브(32), 진공펌프의 작동 정지시 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1) 배관으로 역류를 방지하는 안전밸브(32)를 포함한다.

- [0079] 도 7에 따르면, 기체크로마토그래피측정부(6)는 운반기체 주입부, 주입기체의 측정을 위한 측정부 및 측정된 결과를 계산하는 출력부를 포함한다.
- [0080] 운반기체주입부는 고압헬륨봄베(34) 및 운반기체정제를 위한 액체질소트랩(35)를 포함한다. 운반기체는 고순도의 헬륨을 사용하며 이 헬륨을 더욱 정제하기위한 액체질소트랩(35)이 있는데 상기 액체질소트랩(35)은 5A 분자체가 충전된 스테인레스스틸칼럼인 U자형 5A 분자체 칼럼(36) 및 액체질소 저장용기(37)를 포함한다.
- [0081] 헬륨 정제는 U자형 5A 분자체 칼럼(36)을 통과함으로써 정제된다. 즉 액체질소의 온도가 -196°C 이므로 헬륨에 존재하는 질소(질량 28) 보다 무거운 불순물 기체가 액체 혹은 고체의 상태로 5A 분자체에 흡착되어 정제되는 원리이다.
- [0082] 액체질소 트랩(35)을 통과한 운반기체 배관은 6-포트 밸브(24)의 4번 포트에 스웨이록 타입으로 체결된다.
- [0083] 기체크로마토그래피측정부(6)는 시료 혹은 표준기체의 조성을 분리하기 위한 5A 분자체칼럼(38), 분리한 기체의 세기를 측정하는 검출기(39), 분석자료 출력부(42)를 포함한다.
- [0084] 시료 혹은 표준기체 분리에는 5A 분자체칼럼(38)을 사용하며 이 칼럼은 온도조절이 가능한 오븐내에 설치되어 있는 것을 특징으로 한다. 이 오븐의 온도 상승 및 하강은 프로그래밍으로 조절 할 수 있는 특징이 있다.
- [0085] 상기 검출기(39)는 분리된 기체 조성의 정량적 검출을 위해 측정 대상기체의 조성에 따라 선택하여 사용할 수 있도록 복수의 검출기를 포함한다.
- [0086] 질소, 크립톤, 제논 등 불활성기체는 열전도도 검출기(40)로 검출가능 하며, 휘발성 탄화수소류는 불꽃이온화검출기(41)로 검출 할 수 있도록 구성되어 있다. 상기 검출기(39)는 온도 조절이 가능한 오븐내에 설치되어 있으며 일정온도로 유지되어 대기와 차단되도록 구성되어 있다.
- [0087] 상기 기체크로마토그래피 측정부(6)는 기체크로마토그래피의 운영 및 데이터출력을 위한 운영소프트웨어 및 하드웨어가 갖추어진 분석자료 출력부(42)가 포함되어 있다. 운영소프트웨어에 의해 기체분리시 오븐 및 검출기의 온도를 조절하고 분리된 기체의 면적을 측정한다. 또한 운영 소프트웨어에 의해 처리된 측정 자료는 모니터에 디스플레이된다.
- [0088] 여기에서 상기에서 설명된 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)의 챔버 및 모든 배관은 모두 고진공장치에서 사용하는 오토웰딩 방식으로 용접되는 것이 바람직하다.
- [0089] 도 7a에 따르면, 상기 U 자형 5A 분자체 칼럼(36)은 다이프램 밸브(43)를 통하여 연결하는 특징을 갖는다. 분자체가 충전된 U 자형 칼럼은 1/4인치의 배관으로 구성되어 있으며 헬륨기체 유입 배관(44), 유출 배관(45)은 1/8인치로 구성되어 있고 이들의 연결은 금속 가스켓을 사용한 메탈셀링 방식으로 하여 기밀도를 높인 특징을 갖는다. 또한 U자형 배관의 양쪽 끝에는 금속제의 마이크로필터(46)를 부착하여 미세입자의 유입, 유출을 방지하도록 구성된다.
- [0090] 도 8에 따르면, 시료 혹은 표준기체 측정후 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)의 배관내 잔류기체 및 수분의 탈착을 용이하게 하기 위해 필요에 따라 가열장치(43)를 피복하여 진공, 배기함으로써 진공 효율을 높이도록 구비되어 있다.
- [0091] 가열장치(43)는 히팅테이프(44), 열전대(45) 및 온도조절기(46)를 포함하며 110°C 까지 가열하며 진공, 배기할 수 있는 특징을 갖는다.
- [0092] 본 발명은 일정용기에 대기압 이상 양압의 기체 포집시 누설에 의한 환경 오염 혹은 보건적 위험성을 초래할 수 있는 화학적 독성 기체 혹은 방사성 기체 등을 음압으로 포집하여 기체 시료의 순도를 유지하면서 기체크로마토그래피 측정부에 정량적으로 주입 할 수 있는 특수 주입장치를 구성하여 기체 시료의 조성 및 농도를 안전하게 측정하기 위한 것이다.
- [0093] 이하 전술한 구성으로 이루어지는 본 발명의 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)을 이용하여 음압으로 포집한 기체 시료의 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)의 작동 요령에 대해 설명한다. 여기서는 일례로 헬륨분위기에 미량의 질소, 크립톤 및 제논이 존재하는 기체 시료의 질소, 크립톤 및 제논의 분리 및 측정에 대해 설명한다.
- [0094] 일정 용량의 시료 포집병(7)에 시료 혹은 표준기체를 대기압(760 torr) 이하의 음압으로 포집한다. 이때 미리

본 발명 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)의 모든 배관 및 챔버를 일체형펌프(30)로 배기하여 진공 배기시켜 놓는다. 시료 포집후 장시간 측정 하지 않을 경우 안전을 고려하여 시료 포집병(7)의 입구에 오링(14)을 삽입하고 철제의 블랭크(17)를 클램프로 체결하여 보관한다.

- [0095] 시료 혹은 표준기체 포집용기를 고진공다기관부(2)의 포집병 부착 포트(10)에 연결한 후 포트의 전자식 밸브를 온(on)하여 고진공다기관부(2)의 포트와 시료 혹은 표준기체 포집용기 연결 배관 사이를 진공, 배기시킨다.
- [0096] 목표 진공도(1.0 E-4 torr)에 도달한 후 배기를 중단하고 차단밸브(23)를 닫은 후 6-포트밸브(24)의 액츄에이터(25)에서 로딩 위치의 로딩 액정표시판(28)의 램프가 켜진 것을 확인한 후 시료 혹은 표준기체 포집용기의 다이아프램 밸브(16)와 고진공다기관부(2)의 차단밸브(12)를 순차로 열어 기체를 고진공기체 주입챔버부(3)로 확산, 저장시킨다.
- [0097] 이때 고진공기체 주입챔버부(3) 이후의 모든 배관은 일체형 펌프(30)로 계속 진공, 배기 상태를 유지한다.
- [0098] 일정 시간이 지난 후 기체확산저장배관(18)의 절대압 센서(20)및 온도센서(21)가 안정되면 시료 혹은 표준기체 포집병(7)의 다이아프램밸브(16)와 고진공다기관부 포집병 부착 포트 차단밸브(12)를 닫고, 기체확산저장배관(18)의 절대압센서(20)와 온도센서(21)로 기체 시료의 절대압력과 온도를 읽고 기록한다. 이때 필요하면 고진공기체 주입챔버부 차단밸브(23)를 열고 진공장치부(5)의 기체시료 압력조절용 정밀 미세밸브(32)를 미세하게 개방하여 주입기체의 압력을 일정하게 조절할 수 있다.
- [0099] 상기 동작에 앞서 기체크로마토그래피 측정부(6)는 운반기체인 헬륨을 흘려주면서 약 3 시간 이상 예열시켜놓고 계속 헬륨을 일정한 유속으로 흘려준다. 이때 칼럼유량 20 ml/min, 대조유량 30 ml/min로 설정하고 열전도도 검출기(40)의 온도는 120℃, 오븐 온도는 30℃로 유지해둔다.
- [0100] 기체크로마토그래피 측정부(6)의 바탕신호가 일정하게 유지되면 자동기체 주입부(4)의 6-포트 밸브 액츄에이터(25)의 토글 스위치(27)를 인젝션 방향으로 전환하여 샘플루프(26)에 로딩된 기체를 기체크로마토그래피 측정부(6)의 5A분자체칼럼(38)으로 주입한다.
- [0101] 액츄에이터(25)의 인젝션 동작과 동시에 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)의 운영 소프트웨어가 작동되고 기체 조성의 분리가 시작된다. 기체 조성의 분리가 끝나면 자동적으로 기체의 분리면적이 분석자료 출력부(42)에 도시된다.
- [0102] 이때 기체크로마토그래피 측정부(6)의 5A 분자체칼럼(38)이 들어 있는 오븐의 온도는 작동 초기 30℃로 3분 유지 후 분당 20℃로 100℃까지 올리고 100℃에서 1.5분 유지 후 다시 30℃로 내려가도록 설정한다.
- [0103] 기체크로마토그래피 측정부(6)의 일회 측정시간은 약 10분 이내에 완료되지만 오븐의 온도가 초기의 값으로 환원될 때까지 추가로 약 10분 정도 시간이 소요된다.
- [0104] 상기와 같은 방법으로 기체 시료의 주입 및 기체크로마토그래피 측정을 수행 하면서 다음 시료의 측정을 위해 고진공다기관부(2) 및 고진공기체 주입챔버부(3) 등 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)의 모든 배관을 진공, 배기시킨다. 이때 고진공다기관부(2)에서 이미 사용한 시료 혹은 표준기체 시료 포집병의 밸브를 차단한 상태에서 진행한다.
- [0105] 이상과 같은 절차로 다른 시료 혹은 표준기체를 연속하여 측정할 수 있다. 측정순서는 먼저 시료 기체를 측정한 후 시료기체와 같은 조성의 표준기체를 시료 기체와 같은 압력이 되게 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치(1)에 도입한다. 이때 진공장치부(5)에 있는 기체시료 압력조절용 정밀미세밸브(32)를 조절하여 표준기체의 압력을 시료 기체의 압력과 같게 조절한다.
- [0106] 농도가 다른 일련의 표준기체의 분리 및 측정 후 기체의 조성에 따른 분리면적을 표준기체의 농도에 대비하여 표준곡선을 작성하고 그 표준곡선으로부터 기율기 및 절편을 구한다.
- [0107] 각 기체의 조성에 따른 표준검증곡선을 직선회귀하여 기율기 및 절편을 구하고 이것을 시료 기체 조성의 분리면적과 대비하여 시료 기체의 농도를 정량적으로 산출한다.
- [0108] 고진공다기관부(2)에는 최고 8개의 포집병(7)을 부착할 수 있으므로 4개의 시료 포집병과 각기 다른 농도의 표준기체를 포집한 4개의 포집병을 동시에 고진공다기관부(2)에 부착하여 먼저 4개의 시료를 측정한 후 4개의 표준기체로 기체크로마토그래피를 표준검증하여 시료의 조성 및 농도를 측정할 수 있다.
- [0109] 한 개 시료의 일회 인젝션 후 다른 시료 혹은 표준기체를 주입할 때 미리 액츄에이터(25)의 토글 스위치(27)를

로딩방향으로 전환하고 주입한다.

- [0110] 시료의 농도 및 시료의 양에 따라 샘플루프(26)의 용량을 0.1 mL-1.0 mL 등으로 선택하여 사용할 수 있으며 시료 농도에 따라 0.1 mL 이하의 샘플주입도 가능하다.
- [0111] 시료 혹은 표준기체 측정 후 장치의 습기 및 사용한 기체의 탈착을 위해 측정시스템에 가열장치(43)를 피복하여 장치를 약 100℃까지 올린 상태에서 진공, 배기시킬 수 있다.
- [0112] 상기 실시 예는 기체크로마토그래피의 열전도도 검출기(40)를 사용하여 헬륨분위기에 불활성기체인 질소, 크립톤 및 제논의 조성을 분리하고 측정 할 때의 작동순서이다.
- [0113] 본 발명의 측정 시스템으로 대기중 휘발성 탄화수소류의 기체를 분리, 측정하고자 할 때는 적절한 칼럼을 선정하여 기체크로마토그래피의 검출기를 불꽃이온화검출장치(41)로 측정할 수 있다.
- [0114] 이상에서 본 발명은 특정의 실시예와 관련하여 도시 및 설명하였지만, 첨부된 특허청구범위에 의해 나타난 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 한도내에서 다양한 변경, 개조 및 변화가 가능하다는 것을 당 업계에서 통상의 지식을 가진 자라면 누구나 쉽게 알 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0115] 도 1은 본 발명에 따른 음압으로 포집한 기체의 정량적 주입에 의한 회분식 기체크로마토그래피 측정장치를 도시한 정면도이고,
- [0116] 도 2는 음압으로 포집한 시료 혹은 표준기체 포집병을 체결하는 고진공다기관부를 도시한 정면도이고,
- [0117] 도 3은 시료 혹은 표준기체의 포집병의 정면도이고,
- [0118] 도 4는 고진공기체주입챔버의 정면도이고,
- [0119] 도 5는 시료 혹은 표준기체를 기체크로마토그래피 칼럼으로 주입하는 자동기체주입부의 개략도이고,
- [0120] 도 5a는 샘플루프에 시료 혹은 표준기체 로딩시 자동기체주입부 6-포트 밸브의 기체 흐름 구성도이고,
- [0121] 도 5b는 샘플루프에 로딩된 기체를 기체크로마토그래피로 주입시 기체흐름 구성도이고,
- [0122] 도 5c는 샘플루프의 정면도이고,
- [0123] 도 6은 진공장치부의 정면도이고,
- [0124] 도 7은 기체크로마토그래피 측정부의 정면도이고,
- [0125] 도 7a는 운반기체인 헬륨 정제를 위한 5A 칼럼충진 U자관인 5A분자체 칼럼의 정면도이고,
- [0126] 도 8은 가열장치의 분해도이다.

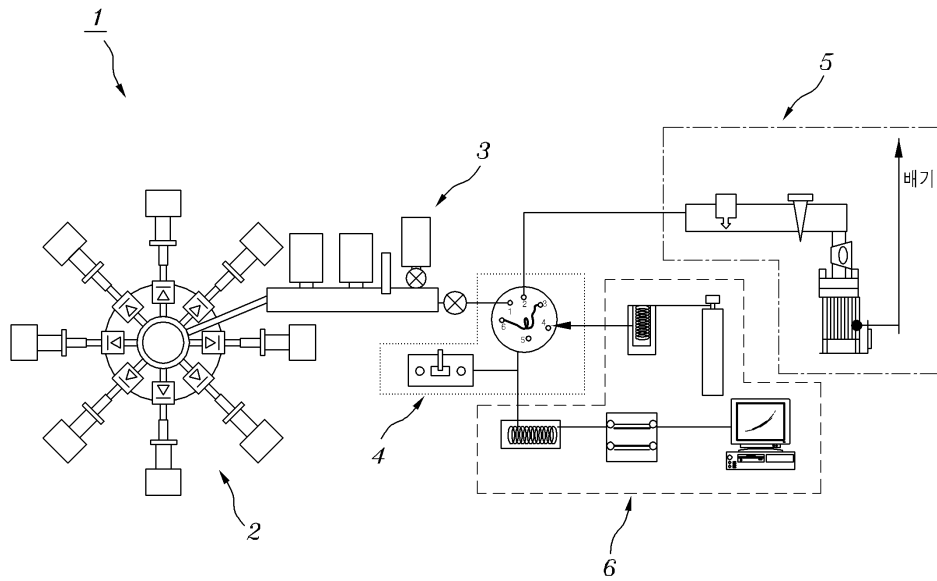
<도면의 주요부분에 대한 부호의 설명>

- [0128] 1: 회분식 기체크로마토그래피 측정 장치 2: 고진공다기관부
- [0129] 3: 고진공기체주입챔버부 4: 자동기체주입부
- [0130] 5: 진공장치부 6: 기체크로마토그래피 측정부
- [0131] 7: 포집병 8: 배관지지대
- [0132] 9: 원형배관 10: 부착포트
- [0133] 11: 기체출구포트 12: 전자식 온/오프형 밸브
- [0134] 13: 마이크로필터 14: 오링
- [0135] 15: 오링타입 플랜지 16: 다이어프램 밸브
- [0136] 17: 블랭크 18: 기체확산저장배관
- [0137] 19: 진공센서 20: 절대압센서

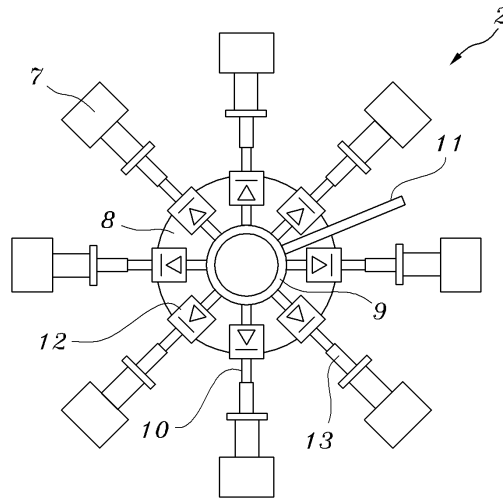
- | | | |
|--------|---------------|-----------------|
| [0138] | 21: 온도센서 | 22: 표준병 |
| [0139] | 23: 차단밸브 | 24: 6-포트 밸브 |
| [0140] | 25: 액츄에이터 | 26: 샘플루프 |
| [0141] | 27: 토글스위치 | 28: 로딩액정표시판 |
| [0142] | 29: 인젝션 액정표시판 | 30: 일체형 펌프 |
| [0143] | 31: 솔레노이드 밸브 | 32: 정밀미세밸브 |
| [0144] | 33: 안전밸브 | 34: 고압헬륨봄베 |
| [0145] | 35: 액체질소트랩 | 36: U자형 5A분자체칼럼 |
| [0146] | 37: 액체질소저장용기 | 38: 5A 분자체칼럼 |
| [0147] | 39: 검출기 | 40: 열전도도 검출기 |
| [0148] | 41: 불꽃이온화검출기 | 42: 분석자료 출력부 |

도면

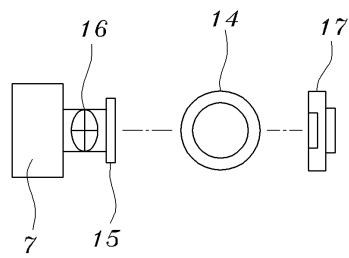
도면1



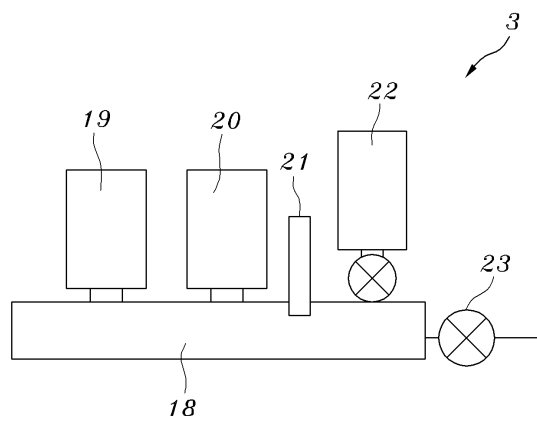
도면2



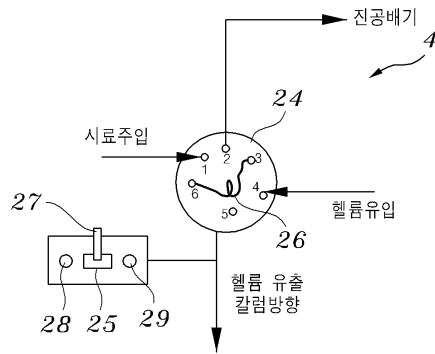
도면3



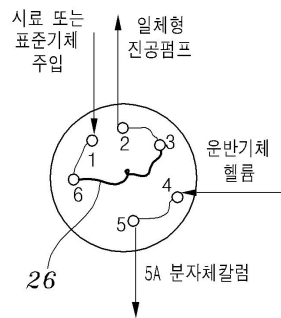
도면4



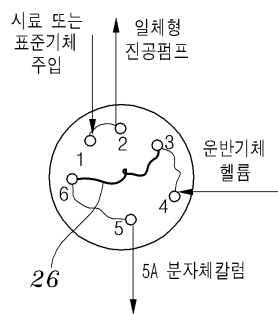
도면5



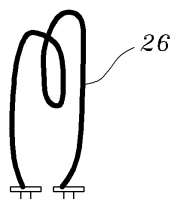
도면5a



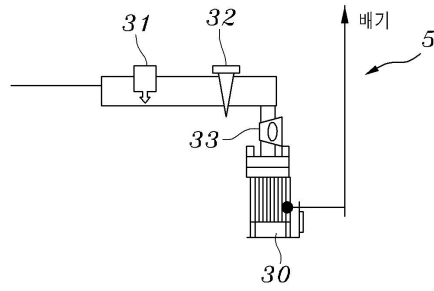
도면5b



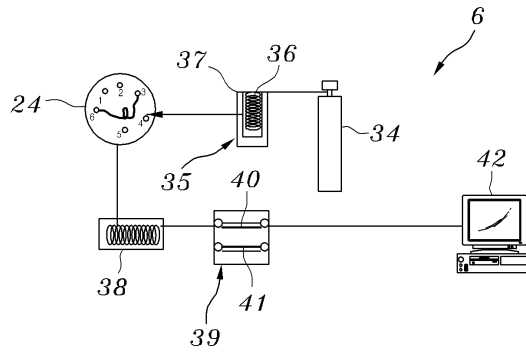
도면5c



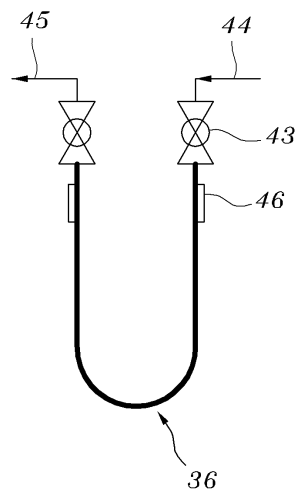
도면6



도면7



도면7a



도면8

