



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년03월28일  
(11) 등록번호 10-1720196  
(24) 등록일자 2017년03월21일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
 GO1N 1/42 (2006.01) GO1N 1/24 (2006.01)  
 GO1N 27/62 (2006.01) GO1N 30/72 (2006.01)  
 HO1J 49/04 (2006.01) HO1J 49/26 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
 GO1N 1/42 (2013.01)  
 GO1N 1/24 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2015-0043975
- (22) 출원일자 2015년03월30일  
 심사청구일자 2015년03월30일
- (65) 공개번호 10-2016-0117657
- (43) 공개일자 2016년10월11일
- (56) 선행기술조사문헌  
 JP2001262322 A\*  
 JP2014085209 A\*  
 KR101124685 B1\*  
 KR1020100066098 A\*  
 \*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자  
 한국지질자원연구원  
 대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)
- (72) 발명자  
 홍완  
 대전광역시 유성구 신성로58번길 58 303호 (신성동)  
 성기석  
 대전광역시 동구 대전로 935 108동 3102호 (삼성동, 한밭자이아파트)
- (74) 대리인  
 임승섭

전체 청구항 수 : 총 22 항

심사관 : 진형태

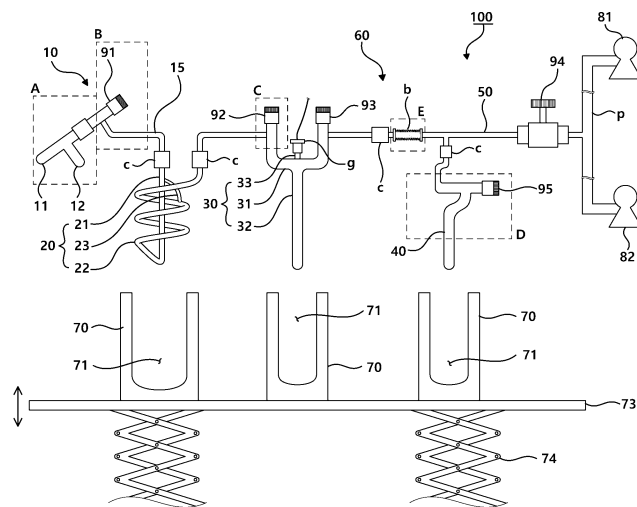
(54) 발명의 명칭 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템

(57) 요약

본 발명은 AMS를 이용한 방사성탄소 연대측정을 위하여 시료로부터 이산화탄소를 분리 및 포집하기 위한 시료 전처리 시스템으로서, 복수의 시료 전처리 장치와, 복수의 시료 전처리 장치와 연결되는 펌핑라인 및 펌핑라인에 연결되어 시료 전처리 장치 내부의 유로를 음압으로 형성하는 펌프를 구비한다.

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



그리고 시료 전처리 장치는, 시료를 이동시키기 위한 중공형 관으로서 베이스라인과 베이스라인 중간에 끼워져 연결되며 기체 상태 또는 기체 상태로 변화된 시료가 냉각되어 수용되는 트랩부와 트랩부의 후단에서 베이스라인에 끼워져 연결되며 시료로부터 분리된 이산화탄소 가스를 포집하기 위한 포집부가 형성되어 있는 진공처리라인, 시료를 수용하여 시료가 진공처리라인으로 도입되도록 진공처리라인의 일단부에 장착되는 시료도입부 및 트랩부의 온도를 이산화탄소의 어는점 이하의 제1온도와 이산화탄소의 어는점 초과와 제2온도로 선택적으로 냉각가능한 냉각유닛을 구비하는 것에 특징이 있다.

(52) CPC특허분류

*G01N 27/62* (2013.01)

*G01N 30/72* (2013.01)

*H01J 49/04* (2013.01)

*H01J 49/26* (2013.01)

*G01N 2001/248* (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2015-021

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 국가과학기술연구회

연구사업명 주요사업-산업화형

연구과제명 지질자원물질 시험·감정·분석 지원 및 응용연구

기여율 1/1

주관기관 한국지질자원연구원

연구기간 2015.01.01 ~ 2017.12.31

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

AMS를 이용한 방사성탄소 연대측정을 위하여 시료로부터 이산화탄소를 분리 및 포집하기 위한 것으로서, 복수의 시료 전처리 장치와, 상기 복수의 시료 전처리 장치와 연결되는 펌핑라인 및 상기 펌핑라인에 연결되어 상기 시료 전처리 장치 내부의 유로를 음압으로 형성하는 펌프를 구비하는 것으로서,

상기 시료 전처리 장치는,

상기 시료를 이동시키기 위한 중공형 관으로서, 베이스라인과, 상기 베이스라인 중간에 끼워져 연결되며 기체 상태 또는 기체 상태로 변화된 상기 시료가 냉각되어 수용되는 트랩부와, 상기 트랩부의 후단에서 상기 베이스라인에 끼워져 연결되며 상기 시료로부터 분리된 이산화탄소 가스를 포집하기 위한 포집부가 형성되어 있는 진공처리라인;

상기 시료를 수용하여 상기 시료가 상기 진공처리라인으로 도입되도록 상기 진공처리라인의 일단부에 장착되는 시료도입부; 및

상기 트랩부의 온도를 이산화탄소의 어는점 이하의 제1온도와 이산화탄소의 어는점 초과와 제2온도로 선택적으로 냉각가능한 냉각유닛;을 구비하며,

상기 트랩부는 상호 이격되어 제1트랩부와 제2트랩부로 2개 형성되며,

상기 제2트랩부는 상기 베이스라인에 대하여 돌출되는 돌출부를 포함하며,

상기 돌출부의 상단 양측에는 각각 상기 진공처리라인을 개폐하는 밸브가 설치되며,

상기 제2트랩부에는 상기 돌출부 내에 냉각된 이산화탄소가 다시 기화될 때 이산화탄소의 압력을 측정하기 위하여 상기 돌출부의 상측에 압력센서가 설치되며,

상기 시료도입부는,

수평방향에 대하여 하방으로 경사지게 배치되며 상단이 개방되어 상기 진공처리라인에 분리가능하게 연결되며, 상기 진공처리라인에 대하여 회전가능하게 결합되는 제1시험관과, 상기 제1시험관으로부터 분기되어 상기 제1시험관과 연통되는 제2시험관을 구비하여,

상기 시료도입부가 제1위치에서 제2위치로 회전시 상기 제2시험관에 수용된 재료가 상기 제1시험관으로 이동되는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 펌핑라인이 중앙에 배치되고,

상기 복수의 시료 전처리 장치는 상기 펌핑라인의 양측으로 복수개 배치되는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

#### 청구항 3

제2항에 있어서,

상기 복수의 시료 전처리 장치는 상기 펌핑라인을 중심으로 양측에 대칭되게 배치되는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

#### 청구항 4

제1항에 있어서,

상기 시료 전처리 장치에서 상기 펌핑라인으로부터 분기되는 초입부인 상기 베이스라인에 밸브가 설치되어, 상기 밸브를 개폐함으로써 상기 복수의 시료 전처리 장치 중 일부를 선택적으로 사용가능한 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 5**

삭제

**청구항 6**

제1항에 있어서,

상기 펌프는 상기 진공처리라인 내부를 대기압  $\sim 1 \times 10^{-5}$  torr 범위의 압력으로 형성하기 위한 제1펌프와, 상기 진공처리라인 내부를  $5 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-5}$  torr 범위의 압력으로 형성하기 위한 제2펌프로 이루어진 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 7**

삭제

**청구항 8**

제1항에 있어서,

상기 제1트랩부를 지나는 시료가 상기 냉각유닛 사이의 열교환 면적 및 시간이 확대되도록, 상기 제1트랩부는 나선형으로 배치되는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 9**

제8항에 있어서,

상기 제1트랩부는 상기 베이스라인에 착탈가능하게 결합되는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 10**

제8항에 있어서,

상기 제1트랩부는 상하방향으로 형성되는 하강부와, 상기 하강부의 하단에서부터 나선형으로 상승되는 상승부로 이루어져, 상기 시료는 하강부로 도입된 후 상기 상승부를 통해 배출되는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 11**

제10항에 있어서,

상기 상승부는 상기 하강부를 감싸며 배치되며,

상기 트랩부는 일단은 상기 상승부에 타단은 상기 하강부와 연결되어 상기 상승부와 하강부가 상호 지지되게 하는 보강부를 더 구비하는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 12**

삭제

**청구항 13**

삭제

**청구항 14**

제1항에 있어서,

상기 트랩부에 냉각되어 포집된 이산화탄소가 다시 기화될 때 이산화탄소의 압력을 측정하기 위하여 상기 진공 처리라인에 설치되는 압력센서를 더 구비하는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 15**

삭제

**청구항 16**

제1항에 있어서,

상기 진공처리라인은 적어도 2개의 관이 연결부재에 의하여 연결되며,

상기 연결부재는 중공형의 휘어질 수 있는 소재로 이루어진 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 17**

제16항에 있어서,

상호 연결되는 두 개의 관의 중심축이 서로 불일치되는 경우에도 연결이 가능하도록, 상기 연결부재는 스틸 소재의 박판을 주름관(bellows hose) 형태로 형성한 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 18**

제16항에 있어서,

상기 진공처리라인의 소재는 유리 및 내산성 스틸 중 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 19**

제1항에 있어서,

상기 진공처리라인을 지지하기 위한 받침테이블 더 구비하며,

상기 진공처리라인이 지지되며, 높낮이 조절이 가능하도록 상기 받침테이블에 결합되는 복수의 높이조절부재를 더 구비하는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 20**

제19항에 있어서,

상기 높이조절부재에는 삽입공이 형성되며, 상기 진공처리라인은 상기 삽입공에 끼워져 지지되는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 21**

제1항에 있어서,

상기 냉각유닛은 액체질소를 수용하는 냉각캔이며,

상기 트랩부는 상기 냉각캔 내부에 삽입되는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 22**

제21항에 있어서,

상기 냉각캔을 지지하며, 상기 트랩부가 상기 냉각캔 내부에 삽입 및 배출되도록 상기 냉각캔을 상하방향으로 이동시키는 승강유닛을 더 구비하는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 23**

제1항에 있어서,

상기 진공처리라인 중 적어도 일부는 유리관으로 이루어지며,

상기 유리관에는 제1방향을 따라 진행하다 상기 제1방향과 어긋나는 제2방향으로 진행방향이 변경되는 굴곡부와, 상기 제1방향 또는 제2방향으로 연장되어 상기 굴곡부에 연통되는 중공형의 소켓부가 형성되며,

상기 소켓부를 따라 이동가능하게 상기 소켓부에 삽입되어 상기 진공처리라인을 개폐하는 삽입밸브를 더 구비하는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 24**

제23항에 있어서,

상기 유리관에는 내부 유로의 단면적이 좁아지는 협로부가 형성되며, 상기 삽입밸브는 상기 진공처리라인의 협로부를 폐쇄하는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 25**

제23항에 있어서,

상기 삽입밸브는 봉 형상의 몸통부와, 상기 몸통부의 외측면과 상기 소켓부의 내주면 사이에 개재되어 상기 소켓부를 밀폐시키는 실링부재를 구비하여 이루어진 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 26**

제25항에 있어서,

상기 삽입밸브 몸통부의 하단부는 점진적으로 횡단면적이 작아지는 콘부가 형성된 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**청구항 27**

제1항에 있어서,

상기 진공처리라인을 세정하기 위한 퍼징 가스가 도입되도록 상기 진공처리라인에 연결되는 퍼징가스 공급유닛을 더 구비하는 것을 특징으로 하는 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 AMS 장치를 이용하여 시료의 탄소연대측정을 수행하기 위하여, 측정대상이 되는 시료로부터 이산화탄소를 분리 및 포집하기 위한 시료 전처리 장치가 복수 개 조합된 시료 전처리 시스템에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 방사성탄소 연대측정법(radiocarbon dating)은 가장 대표적인 연대측정 방법 중 하나이다.

[0003] 방사성탄소 연대측정법은 물질 중의  $C^{12}$ 와 그 동위원소인  $C^{14}$ 의 비를 측정하여 물질의 생성연대를 측정하는 방법이다. 탄소에는 7개의 동위원소가 알려져 있으나 안정되어 있는 것은  $C^{12}$ 와  $C^{13}$ 이며 각각 98.893과 1.107의 상대 존재비를 갖고 있다.  $C^{14}$ 는 지상 9km 이상의 대기권에서 대기중의  $N^{14}$ 가 우주선의 2차 생성물인 중성자에 의하여 (n,p) 반응을 일으켜 변환된 것이다. 1960년대 Libby는 불안정한 방사능 물질이 안정된 정상적인 물질로 변화되는 과정인 원자핵의 자연 붕괴가 시간적으로 일정한 비율(반감기)로 발생한다는 사실을 이용하여 물질의 생성연대를 측정하는 방법을 고안해 냈으로써 방사성탄소 연대측정법이 확립되었다.

[0004] 방사성탄소 연대측정방법은 액체섬광계수법과 기체비례계수법, 그리고 직접적으로 측정대상시료 내  $C^{14}$ 의 개수를 세는 가속기 질량분석법(AMS, Accelerated Mass Spectrometry)이 있다. 이 중 AMS는 매우 적은 시료 양으로 보다 짧은 시간에 정확한 측정이 가능할 뿐만 아니라, 적용 범위가 넓다는 장점이 있어 오늘날 가장 많이 사용되

고 있다.

[0005] 그러나 AMS 방법을 사용하기 위해서는 측정대상이 되는 시료에 대한 2가지 전처리가 필요하며, 이 전처리는 고도로 숙련된 전문가에 의하여 이루어져야 한다는 문제점이 있었다. 즉, 시료로부터 이산화탄소만을 먼저 추출해 내는 첫 번째 전처리와, 추출된 이산화탄소를 환원시켜 순수한 탄소로 만들어 내는 두 번째 전처리가 필요하다. AMS 장치에 직접 투입되는 것은 탄소 시료이기 때문이다.

[0006] 종래에는 시료 전처리 작업을 모두 전문가에 의하여 수작업으로 진행하였기 때문에 AMS 장비를 도입하고도 활발하게 이용하지 못하는 문제점이 있었다. 또한 전문가라도 하더라도 일정 시간 내에 처리할 수 있는 시료의 양과 개수가 한정적이기 때문에 AMS 장치를 도입하고도 활용율이 저조하였으며, AMS 장비의 도입 자체도 소극적일 수 밖에 없었다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0007] 본 발명은 상기한 문제점을 해결하기 위한 것으로서, AMS 장치를 이용한 방사성탄소 연대측정법을 수행하기 위하여 측정대상 시료로부터 이산화탄소만을 분리해 내는 전처리 과정을 매우 용이하고 신속하게 수행할 수 있는 시료 전처리 시스템을 제공하는데 그 목적이 있다.

**과제의 해결 수단**

[0008] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 시료 전처리 시스템은, AMS를 이용한 방사성탄소 연대측정을 위하여 시료로부터 이산화탄소를 분리 및 포집하기 위한 것으로서, 복수의 시료 전처리 장치와, 상기 복수의 시료 전처리 장치와 연결되는 펌핑라인 및 상기 펌핑라인에 연결되어 상기 시료 전처리 장치 내부의 유로를 음압으로 형성하는 펌프를 구비한다.

[0009] 상기 시료 전처리 장치는 상기 시료를 이동시키기 위한 중공형 관으로서, 베이스라인과, 상기 베이스라인 중간에 끼워져 연결되며 기체 상태 또는 기체 상태로 변화된 상기 시료가 냉각되어 수용되는 트랩부와, 상기 트랩부의 후단에서 상기 베이스라인에 끼워져 연결되며 상기 시료로부터 분리된 이산화탄소 가스를 포집하기 위한 포집부가 형성되어 있는 진공처리라인; 상기 시료를 수용하여 상기 시료가 상기 진공처리라인으로 도입되도록 상기 진공처리라인의 일단부에 장착되는 시료도입부; 및 상기 트랩부의 온도를 이산화탄소의 어는점 이하의 제1온도와 이산화탄소의 어는점 초과의 제2온도로 선택적으로 냉각가능한 냉각유닛;을 구비하는 것에 특징이 있다.

[0010] 본 발명의 일 실시예에서 상기 펌핑라인은 중앙에 배치되고, 상기 복수의 시료 전처리 장치는 상기 펌핑라인의 양측으로 복수개 배치되며, 특히 상기 펌핑라인을 중심으로 양측에 대칭되게 배치되는 것이 바람직하다.

[0011] 또한, 상기 시료 전처리 장치에서 상기 펌핑라인으로부터 분기되는 초입부인 상기 베이스라인에 밸브가 설치되어, 상기 밸브를 개폐함으로써 상기 복수의 시료 전처리 장치 중 일부를 선택적으로 사용가능하다.

[0012] 본 발명의 일 실시예에서, 상기 펌프는 상기 진공처리라인 내부를 대기압 ~  $1 \times 10^{-5}$  범위의 압력으로 형성하기 위한 제1펌프와, 상기 진공처리라인 내부를 상기 대기압 ~  $1 \times 10^{-5}$  범위보다 낮은  $5 \times 10^{-5}$  ~  $1 \times 10^{-5}$  범위의 압력으로 형성하기 위한 제2펌프로 이루어진다.

[0013] 본 발명에서 채용하는 시료 전처리 장치의 트랩부는 상호 이격되어 제1트랩부와 제2트랩부로 2개 형성되는 것이 바람직하다. 그리고 상기 제1트랩부를 지나는 시료가 상기 냉각유닛 사이의 열교환 면적 및 시간이 확대되도록, 상기 제1트랩부는 나선형으로 배치되는 것이 바람직하다.

[0014] 본 발명의 일 실시예에서, 상기 트랩부에 냉각되어 포집된 이산화탄소가 다시 기화될 때 이산화탄소의 압력을 측정하기 위하여 상기 진공처리라인에 설치되는 압력센서를 더 구비하는 것이 바람직하다.

[0015] 본 발명의 일 실시예에서, 상기 진공처리라인은 적어도 2개의 관이 연결부재에 의하여 연결되며, 상기 연결부재는 중공형의 휘어질 수 있는 소재로 이루어진다. 예를 들면, 상호 연결되는 두 개의 관의 중심축이 서로 불일치되는 경우에도 상호 연결이 가능하도록, 상기 연결부재는 스틸 소재의 박판을 주름관(bellows hose) 형태로 형성하는 것이 바람직하다.

[0016] 특히, 본 발명에서 상기 진공처리라인 중 적어도 일부는 유리관으로 이루어지며, 상기 유리관에는 제1방향을 따라 진행하다 상기 제1방향과 어긋나는 제2방향으로 진행방향이 변경되는 굴곡부와, 상기 제1방향 또는 제2방향

으로 연장되어 상기 굴곡부에 연통되는 중공형의 소켓부가 형성되며, 상기 소켓부를 따라 이동가능하게 상기 소켓부에 삽입되어 상기 진공처리라인을 개폐하는 삽입밸브를 더 구비한다. 그리고 상기 유리관에는 내부 유로의 단면적이 좁아지는 협로부가 형성되며, 상기 삽입밸브는 상기 진공처리라인의 협로부를 폐쇄한다. 보다 구체적으로, 상기 삽입밸브는 봉 형상의 몸통부와, 상기 몸통부의 외측면과 상기 소켓부의 내주면 사이에 개재되어 상기 소켓부를 밀폐시키는 실링부재를 구비하여 이루어진다.

**발명의 효과**

- [0017] 본 발명에서는 시료로부터 발생한 이산화탄소 및 다른 성분들 사이의 어는점 차이를 이용하여 시료로부터 이산화탄소만을 매우 용이하게 분리할 수 있는 시스템을 제공함으로써, AMS 장치를 이용한 방사성탄소 연대측정이 보다 적극적으로 활용될 수 있는 기반을 제공한다.
- [0018] 무엇보다도, 본 발명에서는 시료 전처리 장치를 복수 개 조합하고, 자동화함으로써 빠른 시간 내에 대량의 시료를 전처리할 수 있다는 이점이 있다.
- [0019] 특히, 본 발명에서는 독특한 구성의 시료도입부, 제1트랩부, 제2트랩부 및 포집부를 채용하여 이산화탄소의 분리 효율 및 공정의 신속성을 향상시켰다.
- [0020] 또한, 이산화탄소를 시료로부터 분리하기 위한 원리와 기능을 실제 장치로서 구현하기 위하여 밸브, 높이조절부재 및 관이음부재(커플러와 연결부재)와 같은 독특한 기계적 구성을 채용함으로써 산업에 직접 활용할 수 있는 실제 시스템을 제공하였다는데 큰 의미가 있다.

**도면의 간단한 설명**

- [0021] 도 1은 본 발명에 따른 시료 전처리 장치를 복수 개 조합하여 하나의 시스템조합한 시료 전처리 시스템에서 시료 전처리 장치의 배치를 설명하기 위한 도면이다.
- 도 2는 도 1에 도시된 복수의 시료 전처리 장치의 개별 구성을 설명하기 위한 시료 전처리 장치의 개략적 정면도이다.
- 도 3은 시료도입부의 회전을 설명하기 위한 도면으로서 도 2의 A로 표시된 부분의 확대도이다.
- 도 4는 도 2에 도시된 시료 전처리 장치를 이용한 이산화탄소 분리방법을 설명하기 위한 흐름도이다.
- 도 5는 시료 전처리 장치에 채용된 밸브 구조를 설명하기 위한 개략적 단면도로서 도 2의 B, C, D로 표시된 부분의 확대도이다.
- 도 6은 시료 전처리 장치에 채용된 높이조절부재의 구조를 설명하기 위한 정면도이다.
- 도 7은 시료 전처리 장치에 채용된 연결부재를 설명하기 위한 것으로서 도 2에 E로 표시된 부분의 개략적 단면도이다.
- 도 8은 도 1에 도시된 시료 전처리 시스템을 실제 제작하여 촬영한 사진이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0022] 본 발명은 AMS 장치를 이용한 방사성탄소 연대측정법을 수행하기에 앞서서, 측정대상이 되는 시료를 전처리하기 위한 AMS 탄소연대측정용 시료 전처리 시스템(이하 '시료 전처리 시스템'이라고 함)에 관한 것이다. 앞서서도 설명하였지만, AMS 장치를 이용하기 위해서는 먼저 시료로부터 이산화탄소를 추출하고, 이렇게 추출된 이산화탄소를 환원시켜 탄소만을 분리해 내는 두 단계의 전처리를 거쳐야 한다. 본 발명은 위 두 단계의 전처리 중 시료로부터 이산화탄소를 추출해 내는 첫 번째 전처리를 수행하기 위한 복수의 시료 전처리 장치를 조합하여 만들어지는 시료 전처리 시스템이다.
- [0023] 그리고 본 발명에서 측정대상이 되는 시료는 뼈, 흙, 암석 등 다양한 고체 상태의 시료, 대기 등과 같은 기체 상태의 시료를 포함하며, 액체 상태의 시료도 포함할 수 있다. 즉, 물리적, 화학적 방법을 거쳐 이산화탄소만을 추출 또는 분리할 수 있다면 시료의 상태(고체, 액체, 기체)는 중요하지 않다. 예컨대, 대기와 같은 기체 시료는 그 자체로서 이미 기체 상태의 이산화탄소를 포함하고 있으며, 고체 시료의 경우 산 용액과 같은 화학약품에 반응시키거나 가열 등의 방법으로 기체 상태의 이산화탄소를 추출할 수 있다. 액체 시료의 경우에도 가열이나 화학적 반응 과정을 거쳐 이산화탄소를 분리해 낼 수 있을 것이다.



- [0024] 이하, 첨부된 도면을 참고하여, 본 발명의 일 예에 따른 시료 전처리 시스템에 대하여 설명한다.
- [0025] 도 1은 시료 전처리 장치를 복수 개 조합하여 하나의 시스템으로 만든 시료 전처리 시스템의 개략적 평면도이며, 도 2는 도 1에 도시된 복수의 시료 전처리 장치를 자세하게 설명하기 위한 시료 전처리 장치의 개략적 정면도이고, 도 8은 도 1에 도시된 시료 전처리 시스템을 실제 제작하여 촬영한 사진이다.
- [0026] 도면을 참고하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 시료 전처리 시스템(500)은 복수의 시료 전처리 장치(100)와 펌핑라인(p) 및 펌프(81,82)를 구비한다. 복수의 시료 전처리 장치(100)는 펌핑라인(p)을 중심으로 양측에 각각 복수 개 배치되어 펌핑라인(p)과 연결되며, 펌핑라인(p)은 2개의 펌프(81,82)와 연결되어 시료 전처리 장치(100) 내부를 음압으로 형성한다.
- [0027] 본 발명에 따른 시료 전처리 시스템(500)에서는 복수의 시료 전처리 장치(100)들에 의하여 병렬적으로 시료를 처리하게 된다. 먼저 시료 전처리 장치(100)에 대하여 설명한다.
- [0028] 시료 전처리 장치(100)는 시료를 진공처리라인으로 도입하기 위한 시료도입부(10)와, 도입된 시료를 이동시키면서 시료 내 이산화탄소와 다른 성분들을 상호 분리하고 최종적으로 이산화탄소만을 포집하기 위한 중공형의 진공처리라인(60)을 구비한다. 진공처리라인(60)은 다시 연결부(15), 제1트랩부(20), 제2트랩부(30), 포집부(40) 및 베이스라인(50)으로 이루어진다.
- [0029] 시료 전처리 장치(100)를 전체적으로 보면, 일측 끝의 시료도입부(10)로부터 시작하여 연결부(15), 제1트랩부(20), 제2트랩부(30), 베이스라인(50)이 순차적으로 배열되며, 베이스라인(50)의 중간부에 포집부(40)가 하방으로 분기되어 배치된다. 그리고 베이스라인(50)은 진공펌프와 연결된 펌핑라인(p)과 이어진다. 진공펌프가 작동되면 진공처리라인(60) 내의 물질은 시료도입부(10)로부터 베이스라인(50) 쪽으로 이동하는 구조이다.
- [0030] 그리고, 진공처리라인(60)의 하부에는 복수의 냉각유닛(70)이 제1트랩부(20), 제2트랩부(30) 및 포집부(40)의 위치에 대응되게 승강대(73) 위에 설치되며, 승강대(73)는 승강유닛(74)에 의하여 상하방향으로 이동가능하다. 승강대(73)가 상승시 냉각유닛(70)은 진공처리라인의 제1트랩부(20), 제2트랩부(30) 및 포집부(40)과 접촉되어 이들을 냉각시킨다.
- [0031] 시료도입부(10)에 대하여 설명한다.
- [0032] 시료도입부(10)는 시료(s)를 진공처리라인(60)에 도입하기 위한 것이며, 상방이 개방된 유리 소재의 시험관 형태로 이루어진다. 도 3에 도시된 바와 같이, 시료도입부(10)는 암부재(c1)와 수부재(c2)가 상호 나사결합되는 커플러(c)에 의하여 진공처리라인(60)의 연결부(15)에 착탈가능하게 결합된다. 예컨대, 암부재(c1)가 시험관 형태의 시료도입부(10)에 오링(미도시)을 매개로 끼워지고, 수부재(c2)는 오링(미도시)을 매개로 연결부(15)에 끼워진 상태로 암부재(c1)와 수부재(c2)가 상호 나사결합됨으로써 두 개의 관(시료도입부와 연결부)이 상호 이어져 결합된다.
- [0033] 그리고 고체 시료를 처리하기 위한 시료도입부(10)는 도 3에 도시된 바와 같이 제1시험관(11)에서 제2시험관(12)이 갈라져서 분리된 가지관 형태로 이루어진다. 제1시험관(11) 내부에는 고체 시료(s)가 수용되며, 제2시험관(12) 내부에는 고체 시료(s)와 반응하는 화학약품(a)이 수용된다.
- [0034] 시료도입부(10)는 오링을 매개로 커플러(c)의 암부재(c1)에 끼워져 있으므로 진공처리라인(60)에 대하여 회전가능하다. 따라서 도 3의 (a)와 같이 제2시험관(12)이 제1시험관(11)의 하부에 배치된 상태에서 제1시험관(11)을 회전축으로하여 시료도입부(10)가 회전되면, 도 3의 (b)와 같이 제2시험관(12)이 제1시험관(11)의 상부로 이동하면서 하방으로 경사지게 배치되므로 제2시험관(12) 내부의 화학약품(a)은 제1시험관(11) 쪽으로 흘러 들어가게 되는 구조이다. 고체 시료는 화학약품과 만나 반응하여 기체 상태의 이산화탄소와 다른 성분들로 변환된다. 예컨대, 고체 시료는 탄산칼슘(CaCO<sub>3</sub>)이며, 화학약품은 인산 용액(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>)인 경우, 아래의 화학식과 같이 이산화탄소(기체 상태)와 다른 성분들(기체 및 액체 상태)이 생성된다.
- [0035]  $3CaCO_3 + 2H_3PO_4 \rightarrow 3CO_2 + Ca_3(PO_4)_2 + 3H_2O \dots$  화학식
- [0036] 물론 탄산칼슘 시료는 인산용액 이외에도 염산용액 등 다른 화학약품과도 반응하여 이산화탄소를 발생시킬 수 있다.
- [0037] 시료가 고체인 경우 위와 같이 시료도입부(10)를 가지관 형태로 제작하는 것은 밀폐된 시료 전처리 장치(100)의

내부에서 이산화탄소를 발생시켜야 하기 때문이다. 시료 전처리 장치(100) 외부에서 이산화탄소를 발생시킨다면, 이를 다시 시료 전처리 장치(100) 내부로 도입하는 과정에서 대기와 혼합되는 등의 문제가 발생할 수 있으므로 바람직하지 않다. 따라서 제1시험관(11)에는 시료(s)를, 제2시험관(12)에는 화학약품(a)을 담은 상태에서 시료도입부(10)를 진공처리라인(60)에 결합시킨 후에 고체 시료(s)와 화학약품(a)을 반응시키는 것이다. 실시예에 따라서는 고체 시료(s)와 화학약품 사이의 반응을 촉진하기 위하여, 시료도입부(10)의 제1시험관(11)에 히터(미도시)를 접촉시켜 가열할 수도 있다.

[0038] 그리고, 시료(s)가 기체인 경우에는 시료도입부가 상기한 바와 같이 가지관 형태일 필요가 없으며, 단순한 시험관 형태(미도시)로서 시료가 대기와 혼합되지 않도록 밀폐된 구조이면 족하다. 즉, 시료(s)가 대기와 혼합되지 않게 밀폐된 상태에서 진공처리라인(60)의 연결부(15)에 연결시킨 후 밀폐된 상태를 해제시킬 수 있으면 된다. 그리고 기체 상태라면 이산화탄소가 포함되어 있으므로 고체 시료와 같이 이산화탄소를 발생시키기 위한 별도의 프로세싱이 필요하지 않은 것이 일반적이다. 다만 시료의 종류에 따라 이산화탄소를 발생시키기 위한 별도의 프로세싱이 필요할 수도 있다.

[0039] 진공처리라인(60)에 대하여 설명한다.

[0040] 진공처리라인(60)은 연결부(15), 제1트랩부(20), 제2트랩부(30), 및 베이스라인(50)이 시료도입부에서 설명한 커플러(c)에 의해서 순차적으로 관이음되며, 포집부(40)는 베이스라인(50)의 중간부에 결합된다.

[0041] 본 실시예에서 연결부(15)는 시료도입부(10)와 제1트랩부(20) 사이에 배치되며, 제1밸브(91)가 설치되어 제1트랩부(20)와 시료도입부(10) 사이를 개폐한다.

[0042] 제1트랩부(20)는 시료(s)로부터 발생한 이산화탄소 및 다른 성분들이 시료도입부(10)로부터 유입되어 냉각유닛(70)에 의하여 얼려져 수용되는 부분이다. 본 실시예에서 제1트랩부(20)는 상하방향으로 배치되는 하강부(21)와, 하강부(21)의 하단부로부터 이어지며 하강부(21)를 감싸며 나선형으로 상승되는 상승부(22)를 구비한다. 따라서 시료도입부로부터 출발한 물질들은 하강부와 상승부를 순차적으로 거치면서 이동된다. 또한 제1트랩부(20)에는 하강부(21)와 상승부(22) 사이를 연결하며, 하강부(21)와 상승부(22)가 상호 지지되게 하는 보강부(23)가 형성된다.

[0043] 본 실시예에서는 냉각유닛(70)으로서 액체 질소가 담겨 있는 냉각캔을 사용하는데, 제1트랩부(20)는 하방으로 돌출되게 형성되므로 냉각캔의 중앙에 형성된 수용부(71)에 제1트랩부(20)를 삽입시켜서 제1트랩부(20)와 냉각유닛이 효율적으로 열교환될 수 있다. 냉각유닛에 의하여 제1트랩부(20)의 온도는 이산화탄소의 어는점 이하(ex: -200℃)로 형성되므로, 시료로부터 발생한 이산화탄소 및 다른 성분들은 모두 제1트랩부(20)에서 냉각되어 고체 상태로 변환된다.

[0044] 특히, 제1트랩부(20)는 나선형으로 형성되므로 시료로부터 발생한 이산화탄소 및 다른 성분들은 충분한 시간 동안 제1트랩부(20)에 머물며 충분한 열교환 면적을 확보하게 된다. 이에 따라, 시료도입부(10)에서 발생한 기체 상태의 이산화탄소 및 다른 성분들은 제1트랩부(20)로 유입된 후 배출되지 못하고 그 자리에서 고체 상태로 냉각된다. 또한, 상기한 바와 같이 이산화탄소 및 다른 성분들이 모두 얼어 있는 상태에서, 냉각유닛(70)을 조절하거나 다른 냉각유닛을 이용하여 제1트랩부(20)의 온도를 이산화탄소의 어는점은 초과하되 다른 성분들의 어는점 이하의 온도(ex: -70℃)로 상승시킨다. 그러면 제1트랩부(20)에서는 이산화탄소만이 기체 상태로 다시 변환되어 제2트랩부(30)로 이송가능하며, 다른 성분들은 제1트랩부(20)에 그대로 남아 있게 된다.

[0045] 한편, 상기한 바와 같이 제1트랩부(20)를 하강부(21)와 코일형의 상승부(22)로 길게 형성하면 냉각 효율이 보장되는 이점이 있지만, 이들은 모두 유리관이므로 길이가 길어지면 강도가 취약해지는 문제점이 있는 바, 본 실시예에서는 하강부(21)와 상승부(21)를 상호 연결함으로써 제1트랩부(20)의 강도를 향상시키는 보강부(23)를 형성한 것이다.

[0046] 제2트랩부(30)는 제1트랩부(20)에서 냉각 후 다시 기체 상태로 전환된 이산화탄소를 포집하기 위한 것으로서, 제1트랩부(20)의 후단에 배치되며, 커플러(c)에 의하여 제1트랩부(20)와 베이스라인(50) 사이에 끼워져 결합된다. 제2트랩부(30)는 수평부(31)와 이 수평부(31)의 중앙으로부터 하방으로 길게 형성되는 수직흡부(32)를 구비한다. 그리고 수평부(31)의 양단에는 각각 제2밸브(92) 및 제3밸브(93)가 설치된다. 또한, 수평부(31)의 중앙부로부터 상방으로 돌출흡부(33)가 마련되며, 이 돌출흡부(33) 내부에는 압력센서(g)가 설치된다.

[0047] 앞의 제1트랩부(20)와 마찬가지로 제2트랩부(30)의 수직흡부(32)는 냉각유닛(70)으로 사용되는 냉각캔 내부에

삽입되어 수직홈부(32)로 유입되는 이산화탄소를 얼릴 수 있다. 수직홈부(32)가 하방으로 길게 배치되어 있으므로, 수직홈부(32)로 유입되는 기체 상태의 이산화탄소는 냉각유닛과 충분한 면적과 시간을 가지고 열교환함으로써 고체 상태로 전환될 수 있다. 그리고 냉각이 완료되면 제2트랩부(30) 양단의 제2밸브(92) 및 제3밸브(93)를 잠그고 냉각유닛을 제거하거나 이산화탄소의 어는점 이상으로 온도를 상승시키면 얼어있던 이산화탄소가 다시 기화되어 제2트랩부(30) 내부의 압력이 올라가게 된다. 압력센서(g)에서는 제2트랩부(30) 내 압력을 측정하며, 이 측정된 값을 이용하여 제2트랩부(30) 내 이산화탄소의 양을 파악할 수 있다.

[0048] 베이스라인(50)은 제2트랩부(30)의 후단에 연결되며, 펌프라인(p)으로 이어진다. 앞에서 설명한 시료도입부(10), 연결부(15), 제1트랩부(20) 및 제2트랩부(30)는 모두 유리 소재였지만, 베이스라인(50)은 펌프라인과 연결되므로 강도 보강을 위하여 유리가 아닌 스틸 재질을 사용한다. 다만, 본 발명에서는 인산용액 등 산용액이 사용되므로 부식의 우려가 없도록 내산성이 높은 스틸, 예를 들면 스테인레스 스틸이 사용된다. 베이스라인(50)의 후단부에는 제4밸브(94)가 설치되어 펌프라인(p)과 베이스라인(50) 사이를 연통시키거나 차단시킨다.

[0049] 포집부(40)는 제2트랩부(30)에서 다시 기화된 이산화탄소를 최종적으로 수용하여 포집하기 위한 것으로서, 하방으로 길게 형성되어 베이스라인(50)에 착탈가능하게 결합된다. 포집부(40)는 하방으로 길게 형성되어 있기 때문에 냉각유닛(70)으로 사용되는 냉각캔의 내부에 용이하게 삽입되므로, 제2트랩부(30)에서 다시 기화되어 포집부(40)로 유입되는 이산화탄소 가스를 냉각시켜 고체로 상변화시킬 수 있다. 포집부(40)에도 제5밸브(95)가 설치되어 포집부(40)를 베이스라인(50)과 연통시키거나 차단할 수 있다.

[0050] 펌프라인(p)은 진공처리라인(60) 내부를 음압으로 형성하기 위한 펌프와 연결되며, 내산성 스틸 재질로 이루어진다. 본 실시예에서 펌프는 2개 사용하여, 서로 다른 압력범위로 진공처리라인의 압력을 조절한다. 즉, 제1펌프(81)는 진공처리라인 내부의 압력을 대기압~  $1 \times 10^{-5}$  torr 범위로 형성하고, 제2펌프(82)는 제1펌프(81)에 의하여 낮아진 압력을 더욱 낮추어  $5 \times 10^{-5}$  ~  $1 \times 10^{-5}$  torr 범위로 형성한다.

[0051] 한편, 본 실시예에서는 진공처리라인(60)을 세정하기 위한 퍼징가스 공급유닛(미도시)을 구비한다. 즉, 시료로부터 이산화탄소 분리작업이 완료된 후, 다른 시료에 대하여 새로운 작업을 수행하기 전에 퍼징가스를 진공처리라인에 도입하여 진공처리라인(60)을 세정한다. 퍼징 가스로는 아르곤이나 질소와 같은 불활성기체가 사용될 수 있다.

[0052] 이하, 도 4의 흐름도를 참고하여, 상기한 구성으로 이루어진 시료 전처리 장치(100)를 사용하여 시료로부터 이산화탄소를 분리해내는 과정을 설명하기로 한다.

[0053] 먼저, 연결부(15)에 설치된 제1밸브(91)를 잠그고 나머지 제2밸브(92) 내지 제5밸브(95)는 모두 개방시킨 상태에서 펌프를 가동하여 진공처리라인(60) 내부를 사전에 정해진 범위의 음압으로 형성한다. 상기한 바와 같이 제1밸브(91)가 차단되어 진공처리라인(60)의 유로가 폐쇄된 상태에서 시료(s)를 수용하고 있는 시험관 형태의 시료도입부(10)를 진공처리라인(60)의 연결부(15)에 결합시킨다. 그리고 시료도입부(10)를 회전시켜 고체 시료(s)와 산용액(a)이 서로 만나 반응하게 함으로써 시료도입부(10) 내에 이산화탄소(기체 상태)와 다른 성분들(기체 및 액체 상태)이 생성되도록 한다. 만일 시료가 고체가 아닌 기체 상태라면, 시료도입부(10)를 진공처리라인(60)의 연결부(15)에 결합시키기만 되고 별도의 프로세싱이 필요하지 않다.

[0054] 그리고 기체 상태의 이산화탄소 및 다른 성분들이 시료도입부(10)에 머물러 있는 상태에서 제1밸브(91)를 완전히 개방하고, 나머지 밸브들은 모두 닫아 놓거나 약간만 개방시켜 놓는다(다만, 이 경우에도 제5밸브(95)는 닫아서 포집부(40)는 폐쇄시킴). 제1밸브(91)를 열면 시료도입부(10)의 이산화탄소 및 다른 성분들은 압력차이에 의하여 시료도입부(10)로부터 제1트랩부(20)로 이동된다. 즉, 제2밸브(92) 내지 제5밸브(95)가 모두 닫혀있다고 하더라도 시료도입부(10)의 압력이 진공으로 형성된 진공처리라인(60)의 압력보다 높기 때문에 시료도입부(10) 내 물질들은 제1트랩부(20)로 이동가능하다. 또는, 제2밸브(92), 제3밸브(93) 및 제4밸브(94)를 약간만 개방시켜 놓은 상태에서 펌프를 계속적으로 가동하면, 펌프쪽으로 흡인력이 작용하여 시료도입부(10) 내 물질들은 제1트랩부(20) 쪽으로 보다 활발하게 이동될 수 있다.

[0055] 제1트랩부(20)는 냉각유닛(70)과 접촉되어 제1트랩부(20)의 온도는 이산화탄소의 어는점 이하(ex:  $-200^{\circ}\text{C}$ )로 형성되어 있으므로, 시료로부터 발생된 이산화탄소 및 다른 성분들은 모두 제1트랩부(20)에서 냉각되어 고체 상태로 변환된다. 그리고 냉각유닛을 조절하거나 다른 냉각유닛을 사용하여 제1트랩부(20)의 온도를 이산화탄소의 어는점은 초과하되 다른 성분들의 어는점 이하의 온도(ex:  $-70^{\circ}\text{C}$ )로 조절하면, 제1트랩부(20)에서 다른 물질들은 그대로 언 상태를 유지하고, 이산화탄소만이 제1트랩부(20) 내에서 다시 기화된다.

- [0056] 이러한 상태에서, 제1밸브(91)는 닫고 제2트랩부(30)에 설치된 제2밸브(92)를 완전히 개방하고, 제3밸브(93)와 제4밸브(94)는 닫아 놓거나 약간만 개방시키면 앞에서와 동일한 방식으로 제1트랩부(20) 내의 이산화탄소는 제2트랩부(30)로 이송되며, 다른 성분들은 제1트랩부(20)에 그대로 남아 있게 된다.
- [0057] 제2트랩부(30)에도 냉각유닛(70)이 접촉되어 이산화탄소의 어는점 이하의 온도로 형성되어 있으므로, 제1트랩부(20)로부터 이송된 이산화탄소는 다시 제2트랩부(30)에서 얼러진다.
- [0058] 제2트랩부(30)에서 이산화탄소의 냉각이 완료되면 제2밸브(92)와 제3밸브(93)를 모두 닫아 제2트랩부(30)를 폐쇄된 상태에서 냉각유닛(70)을 조절하여 제2트랩부(30)의 온도를 이산화탄소의 어는점 초과의 온도로 상승시키면 이산화탄소는 기체 상태로 다시 변환된다. 제2트랩부(30)가 폐쇄된 상태에서 기체 상태의 이산화탄소가 제2트랩부(30) 내부를 채우면서 제2트랩부(30) 내 압력이 상승하는데, 제2트랩부(30)에 설치된 압력센서(g)는 제2트랩부(30)의 압력을 측정한다. 콘트롤러(미도시)에서는 제2트랩부(30) 내의 압력값을 이용하여 이산화탄소의 총 양을 측정할 수 있다.
- [0059] 이산화탄소의 양을 측정한 후에는 제2밸브(92)는 닫은 상태에서 제3밸브(93)와 제5밸브(95)를 완전히 열어 포집부(40)를 개방시키고, 베이스라인(50)을 개폐하는 제4밸브(94)는 닫거나 약간만 개방시킨다. 그러면 제2트랩부(30) 내의 이산화탄소는 모두 포집부(40)로 이송된다. 그리고 포집부(40)에도 냉각유닛(70)을 접촉시켜 이산화탄소를 얼린 후에는 제5밸브(95)를 폐쇄시킨 후, 포집부(40)를 진공처리라인(60)으로부터 분리함으로써, 시료(s)로부터 이산화탄소를 분리 및 포집하는 과정이 완료된다.
- [0060] 상기한 바와 같이, 본 발명에서 채용하고 있는 시료 전처리 장치(100)에서는 시료로부터 이산화탄소를 발생시킨 후, 진공처리라인(60)을 따라 이동시키면서, 이산화탄소의 어는점과 다른 성분들의 어는점 차이를 이용하여 이산화탄소를 다른 성분들로부터 분리하여 포집한다.
- [0061] 이러한 일련의 과정은 본 발명에서 채용한 시료 전처리 장치(100)에 의하여 매우 간편하면서도 신속하게 이루어지며, 고도로 숙련된 전문가가 아니라도 할지라도 기본적인 메뉴얼만으로도 용이하게 수행할 수 있다는 이점이 있다. 즉, 본 실시예에 따른 시료 전처리 장치를 이용하면 시료로부터 이산화탄소만을 용이하게 분리 및 포집할 수 있는 바, AMS 장치를 이용한 방사성탄소 연대측정법을 보다 적극적으로 활용할 수 있다.
- [0062] 위에서는 어는점의 차이를 이용하여 시료로부터 이산화탄소를 어떻게 분리하고 포집하는지에 대한 원리를 설명하였는데, 이러한 원리를 실제 장치를 통해 구현하는데에는 많은 어려움이 존재한다. 본 연구진은 이러한 어려움을 극복하고 안정적으로 작동가능하며 효율이 좋은 시료 전처리 장치를 개발하기 위하여 재료의 선택에서부터 최적의 기계적 결합수단의 채용, 각 부품들의 배치에 이르기까지 다양한 부분들을 고려하였다.
- [0063] 예컨대, 본 발명에서 사용하고 있는 시료 전처리 장치(100)에서는 불순물의 개입을 방지하기 위해 시료도입부(10)를 2개의 시험관으로 이루어진 가지관으로 형성하고, 시료도입부가 회전되게 하였다. 또한, 이산화탄소의 냉각을 보장하기 위하여 제1트랩부(20)를 나선형으로 배치하고, 제2트랩부(30) 및 포집부(40)를 하방향으로 길게 형성함으로써 이산화탄소가 충분한 시간과 면적으로 냉각유닛과 열교환하도록 하였다. 또한, 냉각유닛(70)으로는 내부에 수송부(71)가 마련된 냉각캔을 사용하여, 하방향으로 돌출된 제1트랩부(20), 제2트랩부(30) 및 포집부(40)가 용이하게 냉각유닛과 열교환할 수 있도록 하였다.
- [0064] 또한, 시료 전처리 장치(100)는 화학약품을 사용하기 때문에 유리관을 사용하며, 펌핑라인과 연결된 베이스라인은 강도를 보장해야 하므로 내산성 스틸을 사용하였다. 유리 소재를 사용한다는 것은 장치의 제조에 있어서 많은 어려움을 낳는다. 즉, 본 시료 전처리 장치(100)에 채용되는 시료도입부(10), 연결부(15), 제1트랩부(20), 제2트랩부(30) 및 포집부(40)는 매우 독특한 형상으로 이루어지기 때문에, 이들을 일체로 한 번에 성형하는 것이 기술적으로 곤란할 뿐만 아니라, 성형이 가능하다고 하더라도 유리관이 길게 이어진 형태가 되어 강도가 약해진다. 더욱이, 시료도입부(10)와 포집부(40)는 기능적으로 진공처리라인(60)으로부터 착탈가능해야 한다.
- [0065] 유리 소재를 사용함에 따른 장치 제조의 어려움을 극복하기 위하여, 본 발명에서는 시료도입부(10), 연결부(15), 제1트랩부(20), 제2트랩부(30) 및 포집부(40)를 각각 개별적으로 제조하여 관이음하는 방식을 채택하였다. 유리관은 약하기 때문에 관이음 방식에 있어서도 유리관이 파손되는 것을 방지해야 하며, 더불어 밀폐성도 보장되어야 한다. 이에 앞에서 도 3을 참고하여 설명한 바와 같이, 오링을 매개로 암부재(c1)와 수부재(c2)가 각각 관에 끼워서 결합시키고, 암부재(c1)와 수부재(c2)를 상호 나사결합시키는 방식의 커플러(c)를 채용한 것이다. 본 발명에서는 상기한 구성의 커플러를 이용하여 시료도입부(10)와 연결부(15) 사이의 관이음과, 제1트랩부(20)를 연결부(15)와 제2트랩부(30) 사이에 연결하는 관이음을 수행함으로써, 파손 방지와 밀폐성을 보장하였다.

- [0066] 또한, 본 발명에서 채용하고 있는 시료 전처리 장치(100)에서 채용하는 밸브의 구성과, 복수의 관(연결부, 제1 트랩부 등)의 배치 높이를 맞추기 위하여 채택된 구성들은 유리 소재를 이용하면서도 장치의 안전성을 보장하는데 있어서 실제적으로 매우 중요한 요소들이다. 즉, 시료 전처리 장치의 원리나 기능적 측면에서는 이하에서 설명할 밸브의 구성이나 관의 높낮이를 조절하는 구성과 같은 기계적 구조가 큰 의미를 가지는 것은 아니지만, 실제 장치를 제작하는 측면에서는 이러한 기계적 구조가 무엇보다도 중요하다.
- [0067] 먼저 도 5를 참고하여 밸브의 구조에 대하여 설명한다.
- [0068] 시료 전처리 장치(100)에는 제1밸브(91) 내지 제5밸브(95)가 설치되는데, 제4밸브(94)는 스틸 소재의 베이스라인(50)에 설치되는 것이므로 기성품으로 제작된 밸브를 사용하면 된다. 그러나, 제1밸브(91) 내지 제3밸브(93) 그리고 제5밸브(95)는 유리관(연결부, 제2트랩부 및 포집부)에 설치되는 것이므로, 유리관의 파손을 방지하면서도 밀폐성을 보장하기 위한 특수한 구성을 필요로 한다.
- [0069] 도 5는 제1밸브(91), 제2밸브(92) 및 제5밸브(95)의 개략적 단면도이다. 그리고 이 밸브들이 설치되는 유리관(연결부(15), 제2트랩부(30) 및 포집부(40))에는 제1방향으로 진행되는 부분(편의상 '제1관부(x)'라 함)과 제1방향과 다른 방향으로 진행되는 부분(편의상 '제2관부(y)'라 함)이 있고, 이들 사이에는 경로를 변경하기 위한 굴곡부(k)가 형성되어 있다. 그리고 제1관부(x) 또는 제2관부(y)로부터 연장되어 굴곡부(k)와 연통되는 중공형의 소켓부(z)가 형성된다. 그리고 소켓부(z)에는 봉 형상의 밸브체(v)가 억지끼움방식으로 삽입되어 제1관부(x) 또는 제2관부(y)를 폐쇄한다. 밸브체(v)는 봉 형상의 몸통부와, 몸통부에 끼워져 몸통부의 외측면과 소켓부(z)의 내주면 사이를 밀폐시키는 오링(o)이 마련되어 밀폐성을 보장한다.
- [0070] 특히 소켓부(z)와 이어진 제1관부(x) 또는 제2관부(y)에는 유로의 단면적을 좁게 형성한 협로부(n)가 형성되며, 밸브체(v)의 몸통부 하단에는 점진적으로 횡단면적이 작아지는 콘부(w)가 형성되는데, 이 콘부(w)가 협로부(n)를 차단함으로써 밸브로서의 기능을 완벽하게 수행할 수 있다. 본 실시예에서 콘부(w)를 포함한 몸통부는 압축 가능한 재료로 제조되어 콘부(w)는 협로부(n)를 완벽하게 폐쇄할 수 있다. 본 발명에서 채용한 밸브 구조로 인하여 유리관의 파손을 방지하면서도 밀폐성을 완전히 보장할 수 있다. 그리고 콘부(w)에도 오링(o)이 끼워져 밀폐성을 더욱 향상시킨다.
- [0071] 한편, 시료 전처리 장치(100)에서는 제1연결부(15), 제2트랩부(30) 및 베이스라인(50)이 도 8의 사진에 도시된 바와 같이 모두 받침테이블 위에 설치되는데, 이들을 지지함과 동시에 설치 높이를 조절하기 위하여 복수의 높이조절부재가 채용된다.
- [0072] 도 6을 참고하면, 높이조절부재(h)는 받침테이블(t)에 위치고정되게 결합되는 고정부(h1)와, 고정부(h1)에 대하여 높이조절가능하게 결합되며 중앙에 오목하게 반원형의 홈이 형성되어 있는 가변부(h2)와, 하면 중앙에 반원형의 홈이 형성되어 있고 가변부(h2)에 분리가능하게 결합되어 있는 덮개부(h3)로 이루어진다. 가변부(h2)와 덮개부(h3)가 결합되면 유리관 또는 스틸 소재의 관이 끼워져 지지되는 삽입공이 형성된다. 가변부(h2)의 높이를 조절한 후, 덮개부(h3)를 제거한 상태에서 유리관을 가변부(h2)의 홈부에 거치시킨 후 덮개부(h3)를 결합시킴으로써 유리관을 정해진 높이에서 안정적으로 지지할 수 있다.
- [0073] 앞에서 설명한 바와 같이, 시료도입부(10), 연결부(15), 제2트랩부(30) 등은 각각 개별적으로 제조되어 상호 관이음되기 때문에, 높이조절부재(h)를 이용하여 이들의 배치 높이를 정확하게 맞추어 용이하게 관이음할 수 있게 되었다.
- [0074] 또한, 관의 높이 조절과 관련하여, 본 발명에 따른 시료 전처리 장치(100)에서 특별하게 채용한 구성은 베이스라인(50)과 제2트랩부(30)를 관이음하기 위한 연결부재이다. 베이스라인(50)은 펌핑라인(p)과 연결되어 설치 위치와 높이를 가변하기 어렵기 때문에, 베이스라인(50)과 제2트랩부(30)가 동축적으로 연결되는 것이 용이하지 않다. 따라서, 베이스라인(50)과 제2트랩부(30)의 관이음에서는 축이 서로 일치하지 않더라도 관이음이 허용될 수 있어야 한다. 이에 본 발명에서는 이들 사이를 관이음하기 위하여 휘어질 수 있는 유연한 소재의 연결부재를 사용하였다. 특히, 본 실시예에서는 도 7에 도시된 바와 같이 스틸 소재의 얇은 박막을 요철 형태로 형성한 주름관(b, bellows)을 이용하여 베이스라인(50)과 제2트랩부(30)가 동축상에 정렬되어 있지 않더라도, 이들 사이의 관이음을 용이하게 수행할 수 있다. 그리고 본 실시예에서는 특히 주름관을 박막 스틸을 마이크로 웰딩 방식으로 용접하여 제조하였다.
- [0075] 이상에서 설명한 바와 같이, 본 발명에서는 시료로부터 발생한 이산화탄소 및 다른 성분들의 어는점 차이를 이용하여 시료로부터 이산화탄소만을 매우 용이하게 분리할 수 있는 장치를 제공한다.

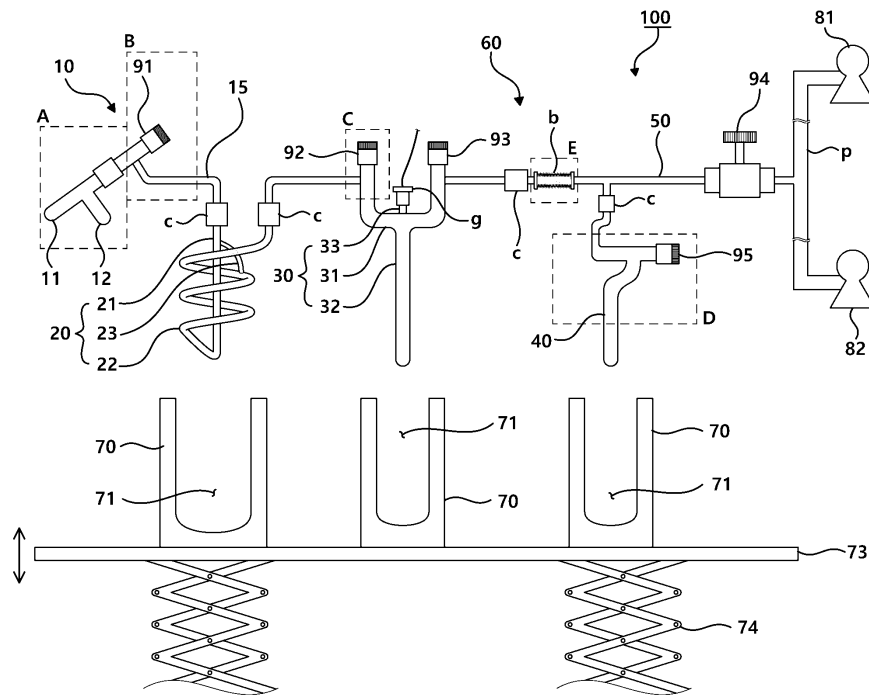
- [0076] 특히, 독특한 구성의 시료도입부, 제1트랩부, 제2트랩부 및 포집부를 채용하여 이산화탄소의 분리 효율 및 공정의 신속성을 향상시켰다.
- [0077] 또한, 상기한 원리와 기능을 실제 장치로서 구현하기 위하여 밸브, 높이조절부재 및 관이음부재(커플러와 연결부재)와 같은 독특한 기계적 구성을 채용함으로써 산업에 직접 활용할 수 있는 실제 장치를 제공하였다는데 큰 의미가 있다.
- [0078] 이상에서 설명한 시료 전처리 장치는 본 발명의 다양한 실시 형태 중 일 예에 불과한 것이며, 본 발명의 기술적 사상의 범위 내에서 다양한 변형이 가능할 것이다.
- [0079] 예컨대, 위에서는 제1트랩부(20)와 제2트랩부(30)에서 이산화탄소를 2번 얼리는 것으로 설명하였으나, 반드시 트랩부가 2개 배치되어야 할 필요는 없으며, 기능적인 차원에서는 제1트랩부(20)만 있으면 되고, 제2트랩부(30)는 선택적으로 채용할 수 있다. 예컨대, 제2트랩부는 제거하고, 제1트랩부에서 불순물들은 얼린 상태로 그대로 유지하고 이산화탄소만을 기화시켜 바로 포집부에서 포집할 수도 있다. 이러한 경우 이산화탄소의 양을 측정하기 위해서는 제1트랩부(20)에 압력센서를 설치하여도 된다.
- [0080] 본 발명에 따른 시료 전처리 시스템(500)에서는 상기한 구성의 시료 전처리 장치(100)가 펌핑라인(p)을 따라 양측에 복수 개 배치된다. 즉, 복수의 시료 전처리 장치(100)들은 펌프(81,82)와 펌핑라인(p)을 공유하여, 동시에 작동가능하므로 빠른 시간 내에 다수의 시료를 일괄적으로 처리할 수 있다는 이점이 있다. 또한, 펌핑라인(p)에서 시료 전처리 장치(100)가 분기되는 지점에 제4밸브(94)가 설치되므로, 복수의 시료 전처리 장치(100) 중에서 일부를 선택적으로 작동시킬 수도 있다. 그리고, 각 시료 전처리 장치(100)에서의 상태, 예컨대 제1트랩부, 제2트랩부 등의 온도, 제2트랩부의 압력, 진공처리라인의 압력 등 다양한 요소들은 콘트롤러(미도시)로 입력되어 디스플레이 장치(미도시)를 통해 확인할 수 있으며, 콘트롤러를 통해 펌프 등을 작동시킬 수 있다.
- [0081] 이상에서 설명한 시료 전처리 시스템은 본 발명의 다양한 실시 형태 중 일 예에 불과한 것이며, 본 발명의 기술적 사상의 범위 내에서 다양한 변형이 가능할 것이다.

**부호의 설명**

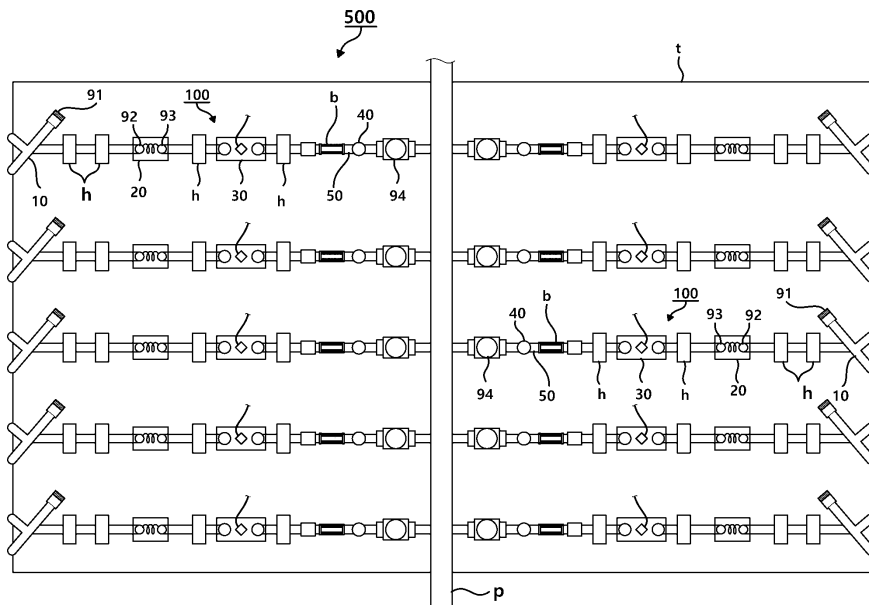
- [0082] 100: 시료 전처리 장치, 500: 시료 전처리 시스템
- 10: 시료도입부, 11: 제1시험관, 12: 제2시험관, 15: 연결부
- 20: 제1트랩부, 21: 하강부, 22: 상승부, 23: 보강부
- 30: 제2트랩부, 31: 수평부, 32: 수직홈부, 33: 돌출부
- 40: 포집부, 50: 베이스라인, 60: 진공처리라인
- 70: 냉각유닛, 71: 수용부, 73: 승강대, 74: 승강유닛
- 81: 제1펌프, 82: 제2펌프, 91~95: 제1밸브 내지 제5밸브
- s: 시료, a: 산용액, g: 압력센서, p: 펌핑라인
- c: 커플러, c1: 암부재, c2: 수부재, b: 주름관
- x: 제1관부, y: 제2관부, k: 굴곡부, z: 소켓부
- v: 밸브체, w: 콘부, n: 협로부, o: 오링
- h: 높이조절부재, h1: 고정부, h2: 가변부, h3: 덮개부

도면

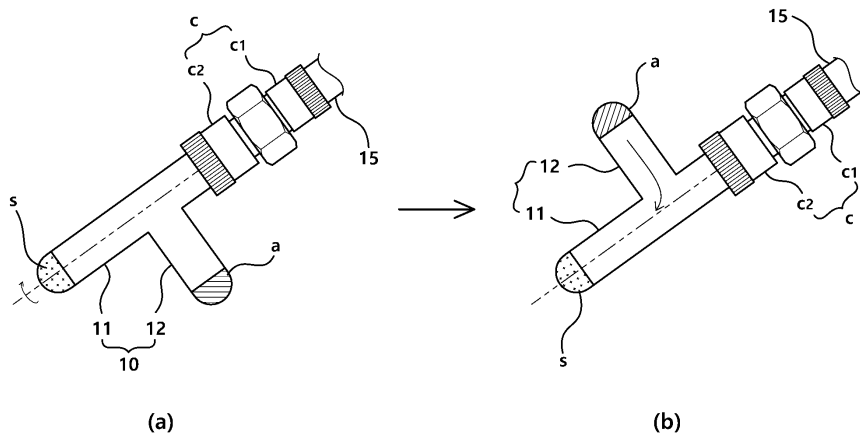
도면1



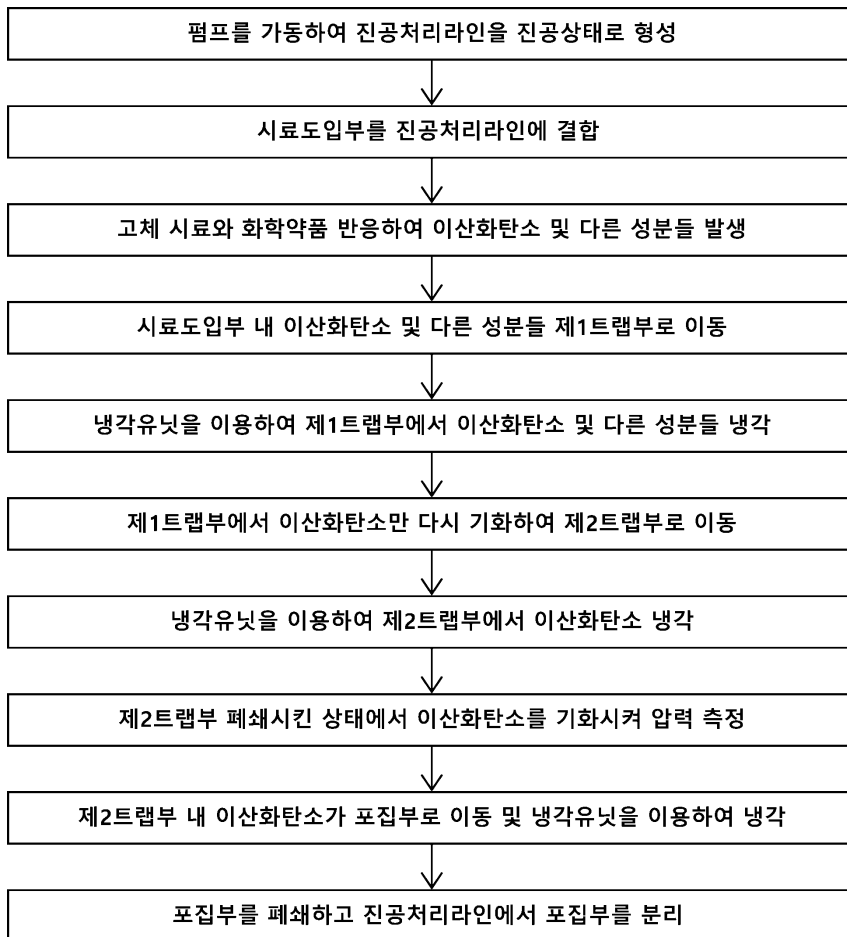
도면2



도면3

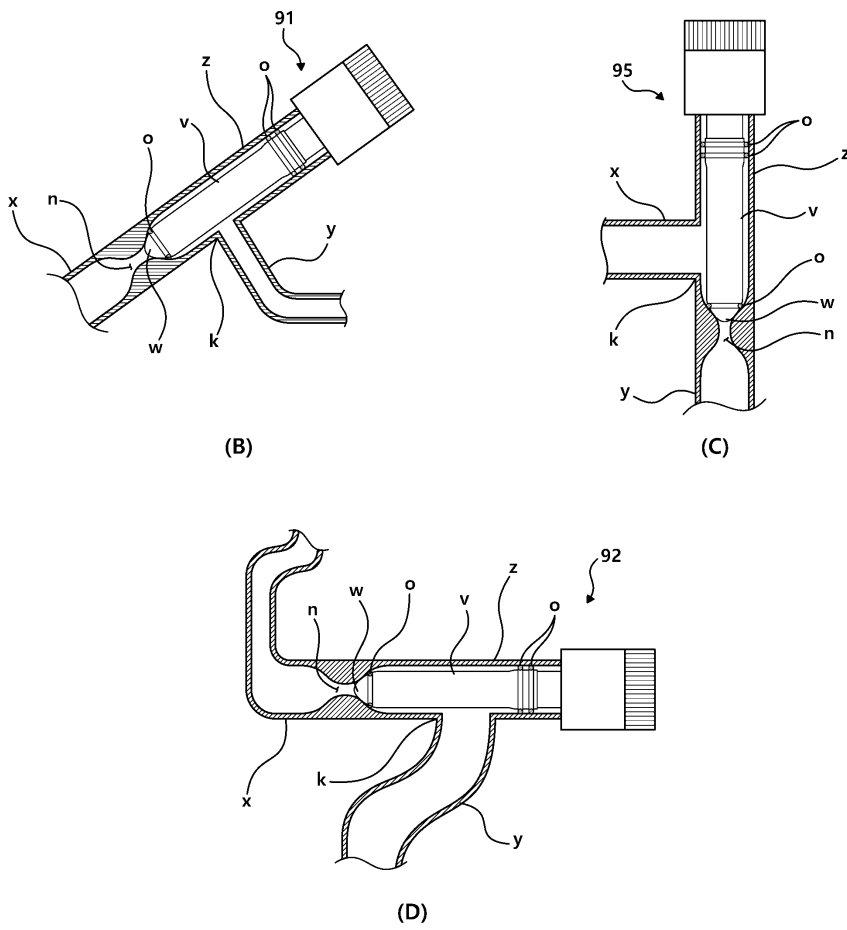


도면4

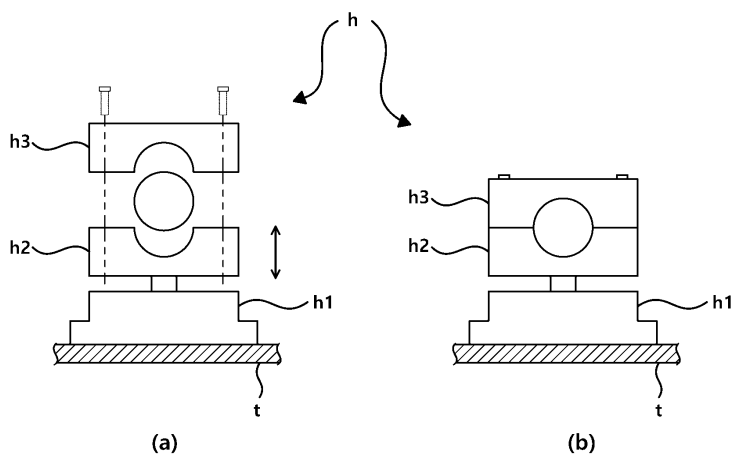




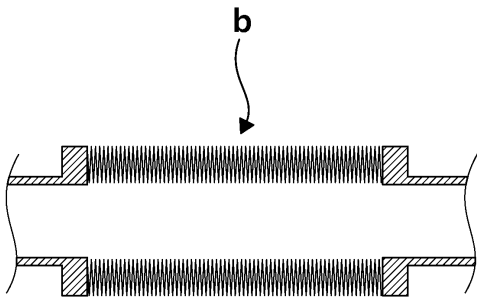
도면5



도면6



도면7



도면8

