

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第6部門第1区分

【発行日】令和6年4月18日(2024.4.18)

【国際公開番号】WO2021/236898

【公表番号】特表2023-526645(P2023-526645A)

【公表日】令和5年6月22日(2023.6.22)

【年通号数】公開公報(特許)2023-116

【出願番号】特願2022-571238(P2022-571238)

【国際特許分類】

G 0 1 N 3 0 / 7 4 (2 0 0 6 . 0 1)

G 0 1 N 2 1 / 7 2 (2 0 0 6 . 0 1)

【F I】

G 0 1 N 3 0 / 7 4 Z

G 0 1 N 2 1 / 7 2

10

【誤訳訂正書】

【提出日】令和6年4月5日(2024.4.5)

【誤訳訂正1】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

内部に燃焼室を画定する燃焼室本体；

プロセスガスのサンプルを燃焼室に導入するように構成されたサンプルインレットチューブ；

燃焼室内で燃焼を開始するように構成された点火装置；

燃焼室内の温度表示を提供するように構成された熱電対アセンブリ；

燃焼室本体内にねじ状に配置されたガス混合器；を含み、

サンプルインレットチューブは燃焼室に対して調節可能な端部を有し、

ガス混合器の回転が燃焼室に対するサンプルインレットチューブの端部の調節可能な位置に影響を与える、

プロセスガスクロマトグラフ用の火炎光度検出器。

【請求項2】

燃焼室が半円形である、請求項1記載の火炎光度検出器。

【請求項3】

燃焼室が平坦な底部を有する、請求項1記載の火炎光度検出器。

【請求項4】

点火装置と熱電対アセンブリが、燃焼室内に延びる単一の管に取り付けられている、請求項1記載の火炎光度検出器。

【請求項5】

サンプルインレットチューブの端部の調節可能な位置が検出器応答のために事前に最適化されている、請求項1記載の火炎光度検出器。

【請求項6】

火炎光度検出器が、少なくとも1つのクロマトグラフィカラムに動作可能に結合され、温度制御されたオープン内に配置され、

火炎光度検出器がプロセスガスのサンプルを燃焼させ、サンプルを燃焼させる火炎の指示を提供するように構成されている、請求項1記載の火炎光度検出器。

20

30

40

50

【請求項 7】

火炎光度検出器は、点火装置と熱電対アセンブリを含み、点火装置と熱電対アセンブリは、単一の開口部を介して火炎光度検出器の燃焼室に入る、請求項 6記載の火炎光度検出器。

【請求項 8】

点火装置と熱電対アセンブリが、燃焼室内に延びる単一の管に取り付けられている、請求項 7記載の火炎光度検出器。

【請求項 9】

単一の管がセラミックで形成されている、請求項 8記載の火炎光度検出器。

【請求項 10】

燃焼室が平坦な底部を有する、請求項 6記載の火炎光度検出器。

【請求項 11】

内部に燃焼室を画定する燃焼室本体；

プロセスガスのサンプルを燃焼室に導入するように構成されたサンプルインレットチューブ；

燃焼室内で燃焼を開始するように構成された点火装置；

燃焼室内の温度表示を提供するように構成された熱電対アセンブリ；を含み、

燃焼室は、サンプルインレットチューブの端部近くに平坦な表面と、前記平坦な表面の遠位に天頂を有する部分的に丸い表面と、前記天頂と交差し、前記平坦な表面に接触する主要な円弧とを含む、

プロセスガスクロマトグラフ用の火炎光度検出器。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

ガスクロマトグラフィ (gas chromatography) は、化学化合物の混合物を、その移動速度によりクロマトグラフィカラムを介して分離することである。ガスクロマトグラフィは、沸点、極性、又は分子サイズにおける違いに基づいて化合物を分離する。次に、分離された化合物は、火炎光度検出器 (FPD) などの適切な検出器を横切って流れ、サンプル全体において示された各化合物の濃度及び / 又は存在を決定する。個々の化合物の濃度及び存在を知ることにより、BTU又は比重などの特定の物理的性質を、業界標準の等式を使用して、計算することが可能になる。

【0002】

操作において、サンプルは、しばしば、充填剤を充填したクロマトグラフィカラムに注入される。典型的には、前記充填材は、カラム内で固定されたままであるため、「固定相」と呼ばれる。その後、注入されたサンプルを、強制的に固定相を通過させるために、不活性キャリアガスの供給がカラムに提供される。前記不活性ガスは、カラムを通過するため、「移動相」と呼ばれる。

【0003】

前記移動相が、前記サンプルを、カラムを通して中に押し込むと、さまざまな力が、サンプルの成分を分離させる。たとえば、より重い成分は、より軽い成分と比較して、カラムを通してよりゆっくりと移動する。前記分離された成分は、次いで、カラムを出て、溶出と呼ばれるプロセスに入る。得られた成分は、続いて溶出した成分の何らかの物理的特性に依る検出器に送られる。

【0004】

検出器の1つのタイプは、火炎光度検出器として知られている。前記火炎光度検出器は

10

20

30

40

50

、火炎の中で燃焼している化合物のスペクトル線を、光電子増倍管を使用して検出する。カラムから溶離した化合物は、前記分子中の特定の元素を励起する一般的に水素を燃料とする火炎に運ばれ、そして励起された元素（P、S、ハロゲン、いくつかの金属）は、特定の特性波長の光を放出する。前記放出された光は、光電子増倍管により、フィルタリングされ、そして検出される。具体的には、リンの発光は510nm～536nm付近、そして硫黄の発光は394nm付近である。

【発明の概要】

【0005】

プロセスガスクロマトグラフのための火炎光度検出器が、提供される。前記火炎光度検出器は、内部に燃焼室を画定する燃焼室本体をその中に含む。サンプルインレットチューブは、プロセスガスサンプルを燃焼室に導入するように構成される。点火装置は、燃焼室内で燃焼を開始するように構成される。熱電対アセンブリは、燃焼室内の温度の表示を提供するように構成される。前記サンプルチューブは、燃焼室に対して調整可能な端部を有する。

10

【図面の簡単な説明】

【0006】

【図1】従来技術にしたがった、公知の火炎光度検出器のサイドカートソリューション（side-cart solution）を採用したプロセスガスクロマトグラフの概略図である。

【図2】本発明の実施態様で使用され得る、プロセスガスクロマトグラフの概略図である。

20

【図3】本発明の1つの実施態様にしたがった、ガスクロマトグラフの概略系統図である。

【図4】サイドカートソリューションにおいて使用される従来技術の火炎光度検出器の拡大図である。

【図5】本発明の1つの実施態様にしたがった、ガスクロマトグラフ及び火炎光度検出器の概略斜視図である。

【図6A】従来技術の火炎光度検出器の断面図である。

【図6B】従来技術の火炎光度検出器の断面図である。

【図7A】それぞれ、本発明の1つの実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器の斜視図及び側面図である。

30

【図7B】それぞれ、本発明の1つの実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器の斜視図及び側面図である。

【図7C】本発明の1つの実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器の様々な概略破断図及び概略断面図である。

【図7D】本発明の1つの実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器の様々な概略破断図及び概略断面図である。

【図7E】本発明の1つの実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器の様々な概略破断図及び概略断面図である。

【図7F】本発明の1つの実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器の様々な概略破断図及び概略断面図である。

40

【図8】本発明の1つの実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器のための、熱電対/点火装置組み合わせアセンブリの斜視図である。

【図9】本発明の1つの実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器用のための、熱電対/点火装置の組み合わせアセンブリの分解図である。

【図10】本発明の1つの実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器のサンプルチューブアセンブリの断面図である。

【図11】本発明の実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器のガス混合器である。

【図12】本発明の1つの実施態様にしたがった、マイクロ火炎光度検出器の断面図である。

50

【発明を実施するための形態】

【0007】

例示的な実施態様の詳細な説明

従来の火炎光度検出器のバーナーは、一般的に火炎室、外部に向けて配管された上部排気経路、点火装置、熱電対、及びガス混合器を含む。防爆仕様のガスクロマトグラフィなどの、比較的小さなフットプリントの用途においては、専用に温度制御されたオープン内に取り付けるため、火炎光度検出器の物理的サイズを最小限に抑えることが有用で有り得る。火炎光度検出器（uFPD）のためのマイクロバーナーが提供され得、これは、内部排気経路及び一体型の点火装置 / 熱電対を含む。

【0008】

以下に記載の実施態様にしたがって、このマイクロ火炎光度検出器は、このような小さなフットプリント用途に設置することができる。以下に説明するいくつかの例では、マイクロ火炎光度検出器は、以前の設計に比べてサイズが縮小された実質的に半分の丸い形の火炎室を含むことができる。さらに、いくつかの例では、先端調整の手間を最小限に抑え、マイクロ火炎光度検出器の応答を最大化するために、サンプルチップの端部を混合ガス流の正確な位置に配置するために統合サンプルチューブが使用される。

【0009】

図1は、従来技術にしたがった、公知の火炎光度検出器サイドカートソリューションを採用した、プロセスガスクロマトグラフ20の概略図である。サイドカート10は、プロセスガスクロマトグラフ20の横に示され、多数の線を介してプロセスガスクロマトグラフ20に連結されている。サイドカートソリューションが一般的に使用されるのは、サイドカート10の火炎光度検出器が、プロセスガスクロマトグラフ20のスペースが制限された防爆オープン22内に物理的に収めることができないためである。

【0010】

火炎光度検出器を詳細に説明する前に、まず、それが使用されるプロセスグラフクロマトグラフについて一般的に説明することが有用である。

【0011】

図2は、本発明の実施態様を使用することができるプロセスガスクロマトグラフの概略図である。図1は、Rosemount Inc. (Emerson Automation Solutions) から入手可能なモデル700XAガスクロマトグラフ100を示しているが、ここで提供される方法及び実施態様は、他の例示的なガス分析器と共に利用することができる。これには、ローズマウント社から入手できるモデル1500XAプロセスガスクロマトグラフやモデル570天然ガスクロマトグラフィなど、様々なタイプやモデルのガスクロマトグラフが含まれる。さらに、ガスクロマトグラフ以外の多種多様な他の装置を本発明の実施態様で利用することも考えられる。図2に示すように、プロセスガスクロマトグラフ100は、ディスプレイと一つ以上のユーザ入力機構104を有するユーザインタフェース102を含む。さらに、プロセスガスクロマトグラフ100は温度制御されたオープン106を含む。オープン106内の部品は、分析プロセスを容易にするために、非常に正確に制御された温度に保つことができる。

【0012】

図3は、本発明の1つの実施態様によるガスクロマトグラフの系統図である。ここではガスクロマトグラフ200の一例を示すが、ガスクロマトグラフ200は他の様々な形態や配置をとることができることを理解すべきである。例えば、ガスクロマトグラフ200は、カラム、バルブ、検出器などに対して他の構成を有していてもよいことを理解すべきである。ただし、この例では、ガスクロマトグラフ200は、キャリアガス入口202、サンプル入口204、サンプル通気口206、及びメジャー通気口208を例示的に含む。動作中、キャリアガスはフローパネル210に供給され、そこでレギュレータ212とドライヤー214を通過した後、温度制御されたアナライザのオープン216に入り、キャリアガスプレヒーター218を通過する。

【0013】

10

20

30

40

50

測定中、サンプルガスはサンプル入口 204 を経由してクロマトグラフ 200 に入り、分析器オープン 216 に入る。既知のガスクロマトグラフィ技術に従って様々なクロマトグラフィカラム 222 を通して様々な体積のサンプル及び/又はキャリアガスを選択的に流すために、サンプルガス(測定中)又はキャリブレーションガス(キャリブレーション中)とキャリアガスの両方が最終的に複数の空気圧制御マルチポートセレクターバルブ 260 に入る。空気圧制御されたマルチポートセレクターバルブ 260 のそれぞれは、コントローラ 226 からの制御信号を受信するそれぞれのソレノイド 224 に流体的に結合される。さらに、制御器 226 は、オープン 216 の温度制御を提供するために、オープン 216 内の一つ以上の温度センサー、ならびにオープン 216 に熱的に結合された一つ以上のヒーターに結合することができる。ただし、コントローラ 226 とは別の熱制御システムもまた使用できるとも考えられている。

10

【0014】

さらに、図 3 に示すように、各空気圧制御マルチポートセレクターバルブ 260 は一対の状態を有する。最初の状態では、各バルブ 260 の流体接続が実線で示されている。2 番目の状態の各バルブ 260 の流体接続は、ファントムで示されている。コントローラ 226 は、後述する火炎光度検出器である検出器 228 に動作可能に結合される。したがって、コントローラ 226 は、ソレノイド 224 を制御することによって、ガスクロマトグラフ 200 を通過する流れを完全に制御することができる。さらに、コントローラ 226 は、サンプルガス中のさまざまな化学種を検出又は特性評価するための検出器 228 の応答を決定することができる。いくつかの実施例では、コントローラ 226 は制御モジュール 34 (図 4 に示す) からアナログ信号を読み取る。さらに、コントローラ 226 は、クロマトグラム

20

【0015】

図 4 は、サイドカートソリューションで使用される従来技術の火炎光度検出器の拡大図である。示されているように、火炎光度検出器バーナー 30 は光電子増倍管モジュール 32 に近接して配置されている。制御モジュール 34 は光電子増倍管モジュール 32 の上に配置され、バーナー 30 と光電子増倍管モジュール 32 を制御する。例として、制御モジュール 34 は、光電子増倍管 32 からの応答信号を処理して増幅し、それをコントローラ 226 などの適切な処理デバイスに提供する。

30

【0016】

ここに記載されている実施態様に従って、図 5 に示すように、火炎光度検出器バーナーと光電子増倍管モジュールを切り離して、火炎光度検出器の主要な 3 つの構成要素を再配置し、制御モジュールと光電子増倍管モジュールを組み合わせた微小火炎光度検出器が提供される。見てわかるように、マイクロ火炎光度検出器 300 は、ファイバーケーブル 304 を介して光電子増倍管及び制御モジュール 302 に結合されている。ある実施態様によれば、マイクロ火炎光度検出器 300 は、プロセスガスクロマトグラフの温度制御されたオープン 22 の容積内に完全に収まる

40

【0017】

これらの重要な変化を容易にする構造変化のいくつかは、図 4 に関連して図 5 に示されており、火炎光度検出器自体の設計の変更によって促進される。

【0018】

図 6 A 及び 6 B は、従来技術の火炎光度検出器の断面図である。図 6 B は、図 6 A の B - B 線に沿った断面図である。図 6 A 及び図 6 B に示すように、ガスクロマトグラフの代表的な火炎光度検出器バーナー 400 が図のように配置されている。検出器 400 は、光

50

学及び光電子増倍管に結合するための取り付け部 4 2 1 を有する。

【 0 0 1 9 】

動作中は、取り付け具 4 1 7 から空気が入り、取り付け具 4 1 5 から水素が入る。カラム流出（サンプル）ガスは、サンプルチューブ 4 2 3 を通して供給される。空気と水素はガス混合器 4 1 4 で混合し、燃焼室 4 1 2 に入る。着火器 4 1 9 で着火し、燃焼室 4 1 2 内でガスを燃焼させる。熱電対 4 1 3 は、取り付け具 4 1 1 の排気経路 4 1 0 を通して放出される火炎と燃焼ガスの状態を監視する。火炎から特定の波長の光が発生し、検出される。火炎光度検出器の応答は、ガス混合器 4 1 4 に対するサンプルチューブ 4 2 3 の終了位置 4 1 8 に非常に敏感である。火炎光度検出器の応答は、同じガス混合比でサンプルチューブ 4 2 3 を上下に動かすことによって最大にすることができる。天然ガス中の硫黄成分の検出など、ほとんどの用途では安全上の理由から、火炎光度検出器バーナーから燃焼ガスを適切にベントする必要がある。

10

【 0 0 2 0 】

図 7 A 及び 7 B は、それぞれ本発明の 1 つの実施態様によるマイクロ火炎光度検出器の透視図及び側面図である。燃焼炎からの排気を効率的に経路指定するために、マイクロ火炎光度検出器 5 0 0 内の内部排気経路は、バーナーの物理的サイズを最小化し配管を簡素化するために必要な正確な位置にベント取り付け具を再経路指定する。本発明の実施態様のこれらの内部流路は、図 7 C、7 D、及び 7 E により詳細に示されている。マイクロ火炎光度検出器 5 0 0 は、燃焼室本体 5 1 0、コネクタ 5 1 2、カバー 5 1 1 を含む。

【 0 0 2 1 】

説明を明確にするため、図 7 C は図 7 B の A - A 線を横断した断面図である。同様に、図 7 D は、図 7 B の線 B - B を横断した断面図である。図 7 E は、マイクロ火炎光度検出器の部分断面図である。図 7 F は、図 7 D の円「C」から取った拡大断面図である。

20

【 0 0 2 2 】

一般的に、空気は取り付け具 5 1 6 から、水素は取り付け具 5 1 7 から、サンプルガスはカラムから取り付け具 5 3 0 からバーナーに入る。空気と水素はガス混合器 5 1 8 で混合され、燃焼室 5 6 0 で燃焼される。

【 0 0 2 3 】

燃焼ガスはその後、燃焼室本体 5 1 0 の排気経路 5 4 0 A 及び 5 4 0 B、コネクタ 5 1 2 の経路 5 4 1 A、5 4 1 B、及び 5 4 1 C、そして取り付け具 5 1 4 の経路 5 4 2 を通って排出される。排気経路の交差ドリル穴は、標準的な鋼球 5 1 3 A と 5 1 3 B で簡単に塞ぐことができ、バーナーの物理的なサイズを簡素化し、最小限に抑えることができる。ただし、排気経路は任意の適切な方法でプラグを差し込むことができる。

30

【 0 0 2 4 】

図 8 は、本発明の 1 つの実施態様によるマイクロ火炎光度検出器のための熱電対 / 点火装置の組み合わせアセンブリの透視図である。図 8 の構造では、火炎光度検出器に必要な点火装置と熱電対が一体化されている。この一体構造 5 5 0 は、図 7 D 及び 7 E に示す燃焼室 5 6 0 へのシングルアクセスのみを必要とする。

【 0 0 2 5 】

図 9 は、本発明の 1 つの実施態様によるマイクロ火炎光度検出器用の熱電対 / 点火装置の組み合わせアセンブリの分解図である。総合温度感知点火装置 5 5 0 は、一般に、軸方向に延びる四つのボアを有するセラミック管 5 5 2 のような高温絶縁材料で構成される。点火装置 5 5 1 と熱電対 5 5 3 は二つのボアを貫通し、点火装置 5 5 1 のリード 5 5 1 A と 5 5 1 B はセラミックチューブ 5 5 2 のボア 5 5 2 A と 5 5 2 B を貫通する。リード 5 5 3 A 及び 5 5 3 B は、セラミックチューブ 5 5 2 のボア 5 5 2 C 及び 5 5 2 D を通過する。リード 5 5 1 A、5 5 1 B、5 5 3 A、及び 5 5 3 B は、点火を制御し、燃焼室 5 6 0 内の温度を検出するために、コントローラ 2 2 6 又は他の適切な回路に動作的に結合される。四口径セラミックチューブ 5 5 2 は、点火装置 5 5 1 と熱電対 5 5 3 の両方のリード間に費用対効果の高い絶縁を提供する。

40

【 0 0 2 6 】

50

火炎光度検出器の応答は、サンプルチューブ 5 3 2 の端とガス混合器 5 1 8 の間の相対位置 D (図 7 F に示す) に非常に敏感である。火炎光度検出器の応答は、サンプルチューブ 5 3 2 の終了位置 5 3 2 E を調整することによって変更することができる。火炎光度検出器の応答が最大になると最適位置「D」が求められる。

【0027】

図 7 F 及び図 1 0 - 1 2 に示すように、寸法 H 1 は図 7 D に示すように $H 1 = D + H 2 + H 3$ として計算できる。寸法 H 1 は、取り付け具 5 3 1 に対して図 1 0 に示されている。サンプルチューブ 5 3 2 は一般に、寸法 H 1 を機械的に容易に制御できるように改良された取り付け具 5 3 1 に押し込まれる。つまり、図 1 0 に示すように、サンプルチューブアセンブリの寸法 H 1 を適切に制御することで、最適位置「D」を実現することができる。

10

【0028】

寸法 H 2 は、ガス混合器 5 1 8 に関して図 1 1 に示されている。燃烧室本体 5 1 0 内のガス混合器 5 1 8 の位置は、燃烧室本体 5 1 0 のショルダ「A」(図 1 1 に示す) とストップ「B」(図 1 2 に示す) によって決定される。ガス混合器 5 1 8 は、燃烧室本体 5 1 0 の内系とかみ合う外系 5 8 2 によって燃烧室本体 5 1 0 に固定されている。

【0029】

燃烧室本体 5 1 0 に対する寸法 H 3 を図 1 2 に示す。したがって、製造時にサンプルチューブアセンブリの H 1、ガス混合器 5 1 8 の H 2、燃烧室本体 5 1 0 の H 3 を制御することで最適位置 D を実現できる。これは、メーカーが位置を事前に最適化できるため、ユーザーによる追加の最適化を必要としないことを意味する。ここで使用される「事前最適化」とは、メーカー又はシステムの製造中にポジション D を最適化することを指す。これは、ユーザーによる各生産システムのユーザー最適化を必要とする、図 6 B に関して示されたような以前の設計とは対照的である。その後、火炎光度検出器間の応答の再現性がよく制御され、火炎光度検出器を設定する手間が大幅に削減される。

20

【0030】

図 1 2 に示すように、燃烧室 5 6 0 は一般に、丸みを帯びた部分 5 9 4 で平坦化された下部 5 9 2 と交わる湾曲した上部 5 9 0 を含む。この燃烧室 5 6 0 の半円形の形状は、FPD パーナーの物理的なサイズを最小限に抑えるのに役立つと考えられている。

【0031】

これまでに記述された実施態様は、一般的に、プロセスガスクロマトグラフの温度制御されたオープン内に取り付けることができるマイクロ火炎光度検出器を提供するが、ここに記述された少なくともいくつかの実施態様は、より簡単で低コストの製造も容易にすると考えられる。例えば、図 7 D、図 7 E、図 7 F に示すように、燃烧室本体 5 1 0 とガス混合器 5 1 8 は、ガス混合器 5 1 8 を下から上に組み立てられるように設計されている。

30

【0032】

本発明は、好ましい実施態様を参照して説明されているが、当業者は、本発明の精神及び範囲から逸脱することなく、形態及び詳細に変更を加えることができることを認識するのである。

40