

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
G01N 25/02

(45) 공고일자 1987년06월22일
(11) 공고번호 특 1987-0001228

(21) 출원번호	특 1983-0003475	(65) 공개번호	특 1984-0005556
(22) 출원일자	1983년07월25일	(43) 공개일자	1984년11월14일
(30) 우선권주장	8203013 1982년07월28일 네덜란드(NL)		
(71) 출원인	우니반 쿤스트 메스트파브리켄 베. 뷔. 제이. 엠. 스미트 ; 에이. 제이. 에이. 제이. 에이스부츠 네덜란드왕국(우편번호 3581체게), 우트레트, 말리반 81번지		

(72) 발명자
안드레아스 요한네스 비르만스
네덜란드왕국(우편번호 6129 게아), 우르몬트, 슬라그붐베크 23번지
헨크 크리스티안 부르크스
네덜란드왕국(우편번호 6438 하뷔), 오이르스베크, 드로사에르트바이데
20번지
카렐 게라르두스 후베르투스 라에마에케르스
네덜란드왕국(우편번호 6151 게요트), 문스테르게렌, 허레베크 44번지
(74) 대리인
김명신

심사관 : 양영환 (책자공보 제1309호)

(54) 화학공장에서 사용하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법 및 장치

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

화학공장에서 사용하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법 및 장치

[도면의 간단한 설명]

제1도는 본 발명에 따른 장치의 개략도이다.

제2도는 측정주기 동안 측정된 온도와 빛의 세기에 대한 변화도이다.

* 도면의 주요부분에 대한 부호의 설명

- | | |
|----------------------|-------------------------------|
| 1 : 빛이 새지 않는 캐비네트 | 2 : 측정용기 |
| 3 : 가열, 냉각재킷(jacket) | 4 : 공급선 |
| 6 : 공급기 | 7 : 배출기 |
| 8 : 온도조절장치 | 9 : 자기교반기 |
| 10 : 레이저 | 11 : 편광비임 |
| 12 : 편극필터 | 13, 17 : 포토디텍터(photodetector) |
| 18 : 다점식기록계 | 19 : 온도측정장치 |

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 광학측정용기에 있는 용액이 결정체가 완전히 용해되지 않은 상태의 온도에서 모든 결정체가 완전히 용해되는 온도까지 상승할 때의 포화온도를 측정하는 방법 및 장치에 관한 것으로, 온도를 계속 측정할 수 있고 빛의 비임(beam)이 측정용기를 통해 전도됨으로써 마지막 결정체의 용해

여부가 광학적으로 검출되어진다.

네덜란드 특허공개공보 제8,100,810호에 공지된 방법이 있으나 이는 보통 백색광의 비임이 사용되며 마지막 결정체가 용해되는 순간에 전도된 빛의 비임의 세기가 상승됨을 알 수 있다.

그러나 마지막 결정체가 용해될 때 빛의 세기가 미소하게 상승하므로 이 상승작용이 일어나는 순간과 그 때의 온도를 정확하게 측정할 수가 없다.

본 발명의 목적은 이러한 결점을 제거하는 것이다.

본 발명에 따른 발명은 빛의 비임이 선형의 편광 비임이고, 전도된 비임이 편극방향이 빛의 비임의 편극 방향에 수직인 편극필터로 전도되도록 되어 있고, 편극필터를 통해 전도된 빛의 세기를 포토디텍터(photo-detector)에 의해 알 수 있으며 검출된 빛의 세기가 대체로 일정한 값인 최저 수준에 도달하는 순간에 포화온도가 측정되는 것이 특징이다. 또한 본 발명에 따른 방법은 용해된 물질의 결정체가 광학적으로 비등방성인 경우에, 즉 일반적으로 결정체가 큐빅(cubic)이 아닌 모든 경우에 적용가능하다.

이런 방법은 선형의 편광 비임에 놓여진 비등방성 결정체에서 결정체에 전도된 빛의 편극면이 회전된다는 사실에 근거를 두고 있다(결정체가 빛의 비임에 정확하게 평행인 광축을 가진 예외적인 경우는 제외).

회전이 안된 편광 비임은 편극필터를 통과하지 않지만 편광비임의 편극면이 결정체에서 회전되는 빛은 부분적으로 편극필터를 통과하기 때문에 편극필터 뒤에 있는 포토디렉터가 빛의 세기를 측정한다.

마지막 결정체가 용해될 때 더 이상 빛이 포토디렉터에 나타나지 않을 것이다.

그리고 본 발명에 따른 방법은 비등방성이 아닌 부분이 빛의 세기의 측정을 방해하지 않기 때문에 혼탁한 용액에서도 측정을 할 수 있는 잇점이 있다.

광학시스템이 있는 광원(光源)과 편극필터들과 같은 일반적인 장치로 선형의 편광비임을 생성시킬 수 있다. 그러나 레이저를 사용하면 더욱 좁고 명확하며, 정확하게 평행이고 빛의 세기가 큰 거의 완전한 선형의 편광비임을 얻을 수 있다.

니콜(Nicol)프리즘과 같은 것을 편극필터의 대용으로 사용할 수 있다.

포화온도는 온도가 점진적으로 상승함에 따라 마지막 결정체가 용해될 때 측정된 온도이며 온도가 점진적으로 하강함에 따라 처음으로 결정체가 형성될 때 측정된 온도는 포화온도가 아니다.

공급되는 시험용액은 어떠한 결정체도 포함하지 않아야 한다.

본 발명에 따른 방법을 수행하면 어떠한 결정체도 포함하고 있지 않은 포화용액이 측정용기에 공급되며, 빛의 비임이 간섭없이 깨끗한 용액을 통과하나 편극필터를 통과하지 않기 때문에 포토디텍터에 의해 측정된 빛의 세기는 일정한 값인 상기 최저값을 갖는다. 뒤이어 측정용기의 용액의 온도는 결정체가 형성될 때까지 점진적으로 감소하여 용액내에 결정체가 형성되면 전도된 빛의 편극면이 형성된 결정체내에서 회전되기 때문에 빛이 편극필터를 통과하며 포토디텍터에 의해 처음으로 상승된 빛의 세기가 측정되어진다.

용액의 온도가 더욱 감소하면 빛이 조밀한 결정체 덩어리에서 강하게 분산되기 때문에 측정된 빛의 세기는 낮은 값까지 감소한다.

그후 측정용기의 용액의 온도는 결정체가 완전히 용해할 때까지 점진적으로 상승하여 빛을 분산하는 결정체 덩어리가 많이 용해되지만 빛의 편극면을 회전시키는 약간의 결정체가 계속존재할 때에 포토디텍터에 의해 증가된 빛의 세기가 처음으로 측정된다.

더욱 용액의 온도를 상승시켜 결정체를 완전히 용해시키면 측정된 빛의 세기는 또 다시 상술한 일정한 낮은 값까지 감소한다.

결정체를 완전히 용해시키는 순간에 측정한 온도가 포화온도이다.

결정체 덩어리를 형성시키고 소멸시키기 위해 본 발명에 따라 측정용기를 통해 전도된 빛의 비임의 일부분이 분리될 수 있으며 분리된 빛의 세기는 제2의 포토디텍터로 측정할 수 있다.

제2의 포토디텍터를 사용하여 측정용기의 용액의 온도를 잘 제어할 수 있다. 즉, 제2의 포토디텍터에 의해 측정된 빛의 세기가 어느 정도 높은 값과 동등할 때는 측정용기의 용액의 온도가 감소하고 제2의 포토디텍터에 의해 측정된 빛의 세기가 어느 정도 낮은 값과 동등할 때는 측정용기의 용액의 온도가 증가하도록 구성되어 있다.

본 발명에 따른 방법은 화학공장의 작동유체와 같은 용액의 포화온도를 계속적으로 측정하고 모니터하는데에 적합하다. 즉, 측정용기를 통해 시험할 용액의 시험용액을 조금씩 계속적으로 공급할 수 있고, 결정체가 형성될 때까지 측정용기의 온도를 점진적으로 감소시킬 수 있으며 또 반대로 결정체가 용해될 때까지 측정용기의 온도를 증가시킬 수 있다.

본 발명에 따른 방법은 요소의 제조과정에서 생성된 수용액을 함유한 카르바메이트 암모늄, 질산암모늄 제조과정에서 생성된 용액을 함유한 질산암모늄, 비료를 함유한 질산암모늄 혹은 질산에다 인광석(磷礦石)을 침전시켜 얻어지는 침지액등의 포화용액을 모니터하는 데에 사용하면 매우 적절하다.

본 발명은 또한 광학측정용기, 측정용기의 용액의 온도를 변화시키는 장치, 측정용기의 온도를 측정하는 장치 측정용기로 투사될 빛의 비임을 생성시키는 장치, 그리고 전도된 빛의 세기를 측정하는

포토디텍터가 제공된 용액의 포화온도를 측정하는 방법을 실시하기 위한 장치에 관한 것이다.

본 발명에 따른 장치는 빛의 비임을 생성하는 장치가 선형의 편광비임을 생성할 수 있고, 편극필터가 전도된 빛의 비임내에 노출될 수 있도록 상기 포토디텍터 앞에 설치되어 있으며 상기 편극필터의 편극방향이 빛의 비임의 편극방향과 수직인 것이 특징이다.

선형의 편광비임을 생성하는 장치는 실질적으로 레이저로 구성되어 있다. 또한 측정용기와 편극필터 사이에 있는 전도된 빛의 비임을 편향하여 빛의 일부분을 제2의 포토디텍터로 전달하는 비임을 분리시키는 부품이 설치되어 있다.

비임을 분리하는 부품으로서는 비임과 45도 각도로 경사지게 설치된 반 투명의 거울 또는 반 투명의 거울이 분할면에 있고 분할면이 프리즘의 수직면과 비임에 45도인 분할된 직각 프리즘이 사용될 수 있다.

본 발명에 따른 장치에는 제2의 포토디텍터로부터 신호를 받으며, 측정용기의 용액의 온도가 제2의 포토디텍터에 의해 측정된 빛의 세기가 어느 정도 높은 값과 동등할 때는 하강되고 제2의 포토디텍터에 의해 측정된 빛의 세기가 어느 정도 낮은 값과 동등할 때는 상승되는 방법으로 측정용기의 온도를 변화시키는 장치를 제어하는 제어장치가 설치되어 있다.

본 발명을 도면에 의거하여 상세히 설명하면 다음과 같다.

제1도에서 '1'은 장치의 광학부품이 설치되어 있는 빛이 새지 않는 캐비네트(cabinet)이다.

공급선(4)을 통해 시험할 용액이 광학적 측정용기(2)에 공급된다.

측정용기(2)는 유체를 냉각시키고 가열시키기 위한 공급기(6)와 배출기(7)가 연결된 가열·냉각재킷(3)내에 설치되어 있다.

프로그램되어 있는 온도조절장치(8)를 사용하여 유체의 온도를 교대로 하강시키고 상승시킬 수 있기 때문에 측정용기(2)에 있는 용액이 교대로 포화온도 이하로 냉각되고 그리고 포화온도 이상으로 가열된다.

자기교반기(9)로 측정용기(2)에 있는 용액을 계속 휘젓는다.

레이저(10)에서 측정용기(2)를 향해 선형의 편광비임(11)이 투사된다.

투사된 빛이 획단하는 진로상에 분할된 직각 프리즘(11)이 놓여 있다.

직각 프리즘의 분할면(15)은 반투명의 거울로 되어 있으며 전도된 비임과 45도의 각도로 경사져 있다.

이 직각 프리즘에서 투사된 빛의 비임의 일부(16)는 제2의 포토디텍터(17)를 향하여 편향되어 전달된다.

그리고 나머지 직진하는 빛의 비임은 편극방향이 레이저(10)에 의해 생성된 편광비임(11)의 편극방향과 수직인 편극필터(12)로 전달된다.

편극필터(12)를 지날 수 있는 빛의 존재할 경우 그 빛은 제1의 포토디텍터(13)로 전달된다.

측정용기(2)에 있는 용액의 온도는 전기적 온도측정장치(19)에 의해 측정된다.

이것의 감지부분은 측정용기(2)에 있는 빛의 비임에 근접하게 놓여 있다.

포토디텍터(13)(17)와 온도측정장치(19)의 출력신호는 다점식 기록계(18)에 의해 기록된다.

제2도는 측정주기 동안 측정된 변수의 변화형태를 나타낸 것이다.

횡축에는 시간 "t"가 표시되고 종축에는 하부 그래프는 제1의 포토디텍터(13)에 의해 측정된 빛의 세기(L13), 중앙 그래프는 온도측정장치(19)에 의해 측정된 온도(T), 그리고 상부 그래프는 제2의 포토디텍터(17)에 의해 측정된 빛의 세기(L17)가 각각 표시되어 있다.

측정주기는 다음과 같다.

측정용기(2)에 완전 용해된 용액이 공급된다.

편극필터(12)에 의해 레이저의 빛이 통과하지 않기 때문에 포토디텍터(13)에 의해 측정된 빛의 세기(L13)는 일정한 값(L13-1)인 최저 수준이며 포토디텍터(17)에 의해 측정된 빛의 세기는 높은 값(L17-1)을 가진다.

용액의 온도가 점진적으로 감소되며 온도 T_K 에서 결정체를 형성하기 시작한다. 이때의 온도는 용액이 냉각되는 상태이기 때문에 T_K 는 포화온도가 아니다.

결정체의 양이 작을 때 편극면이 결정체에서 회전된 빛의 편극필터(12)를 통해 지나기 때문에 L13은 급속도로 최고값(L13-A)까지 증가하고, 그후 용액의 온고가 계속 내려가 결정체의 양이 증가하면 빛이 조밀한 결정체 덩어리에서 크게 분산되므로 L13은 낮은 값(L13-2)까지 감소하고, L17도 낮은 값(L17-2)까지 감소한다.

뒤이어 용액의 온도를 결정체가 다시 용해될 때까지 점진적으로 상승시킨다.

결정체는 계속 존재하지만 결정체 덩어리의 큰부분이 용해될 때 L13은 최고값(L13-B)까지 증가하고 그리고 뒤이어 마지막 결정체가 용해될 때 일정한 낮은 값(L13-1)까지 감소한다.

마지막 결정체가 용해될 때 온도 T_s 가 측정할 포화온도이다.

결정체가 용해될 때 L17은 다시 높은 값(L17-1)으로 된다.

측정은 연속적으로 또는 불연속적으로 행할 수 있다. 불연속적으로 측정을 하기 위해서는 측정용기(2)에 용액의 시험물을 채우고 뱀브를 닫는다.

이후에 앞서 기술한 것과 동일한 방법으로 측정을 한다. 뒤이어 시험용액을 버리고, 필요하다면 측정용기(2)를 씻고 새로운 시험용액을 넣을 수도 있다.

연속적으로 측정을 하기 위해서는 시험용액을 계속 공급하여 용액의 온도는 교대로 결정체가 형성될 때까지 하강하고, 결정체가 용해될 때까지 상승한다.

이때도 시험물의 공급량이 매우 작기 때문에 요구하는 온도 조절작용이 문제되지 않는다.

실제적으로 포화온도를 측정하기 위해서는 신호 T와 L130이 사용된다.

신호(L17)은 측정치의 신뢰성을 나타낸다. 편차가 있는 신호(L17)은 예를 들어 장치의 결함 또는 녹지않고 계속 단단한 물질의 존재를 표시하는 것이다.

온도조절장치(8)의 온도 프로그램을 제어하기 위해 신호(L17)을 사용할 수 있다.

제1도에서 이 목적을 위한 장치를 점선으로 나타내었다. 신호(L17)가 높은 값(L17-1)일 때 측정용기(2)의 온도가 하강되고 신호(L17)가 낮은 값일 때 측정용기(2)의 온도가 상승되도록 프로그래머(20)가 온도조절장치(8)를 제어한다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

광학적 측정용기에 있는 용액이 결정체를 포함하는 온도에서 모든 결정체가 용해되는 온도까지 상승하며, 온도를 계속 측정할 수 있고, 측정용기를 통해 빛의 비임이 전도되며, 마지막 결정체의 용해여부를 광학적으로 검출할 수 있는 용액의 포화온도를 측정하기 위한 것으로서 빛의 비임이 선형의 편광비임이고, 전도된 빛의 비임이 편극필터를 통과하며, 상기 편극필터의 편극방향이 빛의 비임의 편극방향과 수직이고, 편극필터를 통과한 빛의 세기가 포토디텍터에 의해 측정되며, 용액의 포화온도를 빛의 세기가 일정한 낮은 값에 도달하는 순간에 측정할 수 있는 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 레이저를 사용하여 선형의 편광비임을 생성하는 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 어떠한 결정체도 포함하지 않는 용액이 측정용기에 공급되고, 측정용기의 용액의 온도가 결정체가 형성될 때까지 점진적으로 감소되고 뒤이어 결정체가 용해될 때까지 점진적으로 증가되는 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 측정용기를 통과한 빛의 비임의 일부분이 편향되고 편향된 빛의 세기를 제2의 포토디텍터로 측정할 수 있는 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 측정용기의 온도가 제2의 포토디텍터에 의해 측정된 빛의 세기가 어느 정도 높은 값과 동등할 때는 감소되고 제2의 포토디텍터에 의해 측정된 빛이 세기가 어느 정도 낮은 값과 동등할 때는 증가되는 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 시험할 용액이 계획적으로 조금씩 측정용기를 통해 흐르로 측정용기의 온도가 교대로 결정체가 형성될 때까지 하강되고 결정체가 용해될 때까지 상승되는 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 용액이 카르바메이트 암모늄을 함유하고 있는 수용액인 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법.

청구항 8

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 용액이 질산 암모늄을 함유하고 있는 수용액인 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법.

청구항 9

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 용액이 질산에 인광석을 침지하여 얻은 침지액인 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하는 방법.

청구항 10

광학적 측정용기, 측정용기의 온도를 변화시키는 장치, 측정용기의 온도를 측정하는 장치, 측정용기 를 통해 전도될 빛의 비임을 생성하는 장치 및 전도된 빛의 세기를 측정하는 포토디텍터가 설치되어 있는 것으로서 빛의 비임을 생성하는 장치로 선형의 편광비임을 생성할 수 있고, 편극필터가 포 토디텍터 앞에 전도된 빛의 비임에 놓여져 있고, 이 편극필터의 편극방향이 빛의 비임의 편극방향과 수직인 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하기 위한 장치.

청구항 11

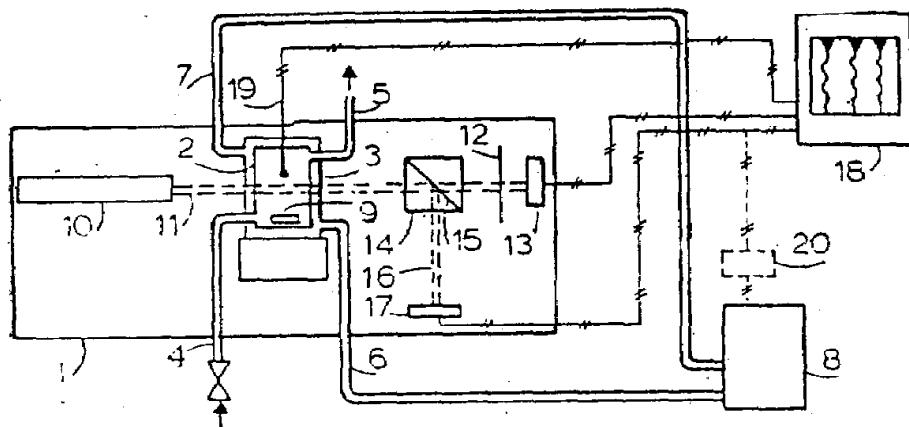
제10항에 있어서, 선형의 편광비임을 생성하는 장치가 레이저로 구성되어 있는 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하기 위한 장치.

청구항 12

제10항 또는 제11항에 있어서, 측정용기와 편극필터 사이의 전도된 빛의 비임에 설치되어 있는 비임 을 편향시키는 부품이 제2의 포토디텍터에다 전도된 빛의 일부분을 전달하는 것을 특징으로 하는 용 액의 포화온도를 측정하기 위한 장치.

청구항 13

제12항에 있어서, 제 2의 포토디텍터로부터 신호를 받고 측정용기의 용액의 온도가 제2의 포토디텍 터에 의해 측정된 빛의 세기가 어느 정도 높은 값과 동등할 때 하강되고 제2의 포토디텍터에 의해 측정된 빛의 세기가 어느 정도 낮은 값과 동등할 때 상승되도록 측정용기의 용액의 온도를 변화시키 는 장치를 제어하는 것을 특징으로 하는 용액의 포화온도를 측정하기 위한 장치.

도면**도면1**

도면2

