



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0067236
(43) 공개일자 2020년06월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 21/39 (2006.01) G01N 21/25 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G01N 21/39 (2013.01)
G01N 21/255 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0008732
(22) 출원일자 2018년01월24일
심사청구일자 없음
(30) 우선권주장
JP-P-2017-012595 2017년01월27일 일본(JP)

(71) 출원인
히다치 조센 가부시카이가이사
일본 오사카 559-8559 오사카시 스미노에쿠 난코
키타 1초메 7-89
재팬 머시너리 가부시카이가이사
일본국 도쿄도 주오쿠 간자 8-5-6 나카지마 쇼지
빌딩
(72) 발명자
요코바야시 다카야스
일본국 오사카후 오사카시 스미노에쿠 난코키타
1-7-89 히다치 조센 가부시카이가이사 내
주라브료프 알렉세이
일본국 도쿄도 주오쿠 간자 8-5-6 나카지마 쇼지
빌딩 재팬 머시너리 가부시카이가이사 내
노리스에 유지
일본국 도쿄도 주오쿠 간자 8-5-6 나카지마 쇼지
빌딩 재팬 머시너리 가부시카이가이사 내
(74) 대리인
박종화, 김태영

전체 청구항 수 : 총 8 항

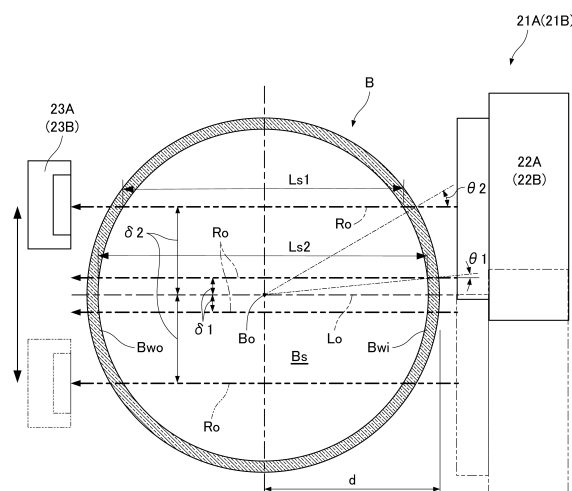
(54) 발명의 명칭 레이저 분광 검사방법 및 레이저 분광 검사장치

(57) 요약

(과제)본 발명은, 반사광에 의한 분석정밀도의 저하를 억제하여 반복측정 정밀도를 높게 한다.

(해결수단)투광원(22A)으로부터 조사된 검사빔(R1)이, 피분석가스가 수용된 용기(B)의 외벽(Bwi, Bwo)을 투과하여 검출기(23A)로 수광되고, 검사빔(R1)이 투과하는 용기(B)의 외벽(Bwi, Bwo)이, 빔광축(Ro)의 직교면의 수선에 대하여 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)을 형성하도록 배치되고, 외벽(Bwi, Bwo)의 표면 및 이면에 충돌하여 반사된 반사광의 진행방향이 빔광축(Ro)으로부터 비키어져서, 반사광의 검출기(23A)에 대한 수광을 배제 또는 감소시킨다.

대표도 - 도4



명세서

청구범위

청구항 1

투광원(投光源)으로부터 조사(照射)된 검사빔(檢査beam)이, 피분석가스(被分析gas)가 수용된 용기를 투과하여 검출기(檢出器)에 수광(受光)되는 레이저 분광 검사방법(laser 分光 檢査方法)으로서,

검사빔이 투과하는 상기 용기의 외벽(外壁)이, 검사빔의 빔광축(beam光軸)의 직교면에 대하여 경사지도록 배치되고,

상기 외벽의 표면 및 이면에서 반사된 반사광의 진행방향을, 상기 빔광축으로부터 비키어지게 하여, 검출기에 수광되는 상기 반사광을 배제(排除) 또는 감소(減少)시키는 것을

특징으로 하는 레이저 분광 검사방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

용기의 외벽이, 빔광축을 포함하는 평면 내에서 중공(中空)의 원형 단면(圓形 斷面)이고,

상기 빔광축을, 상기 평면 내에서 상기 외벽으로 둘러싸인 내부 스페이스의 중심으로부터 위치를 어긋나게 하는 것을

특징으로 하는 레이저 분광 검사방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

용기는, 서로 평행하게 배치된 입사측(入射側)의 외벽과 출사측(出射側)의 외벽을 갖고,

상기 양 외벽이, 빔광축의 직교면에 대하여 경사지도록 용기를 배치한 것을

특징으로 하는 레이저 분광 검사방법.

청구항 4

투광원으로부터 조사된 검사빔이, 피분석가스가 수용된 용기를 투과하여 검출기에 수광되는 레이저 분광 검사장치로서,

검사빔이 투과하는 상기 용기의 각 외벽이, 빔광축의 직교면에 대하여 경사지도록 상기 용기가 배치된 것을

특징으로 하는 레이저 분광 검사장치.

청구항 5

제4항에 있어서,

빔광축을 포함하는 평면 내에서 외벽이 중공의 원형 단면인 용기에 대하여,

상기 빔광축이, 상기 평면 내에서 상기 외벽으로 둘러싸인 내부 스페이스의 중심으로부터 위치가 어

긋나도록 배치된 것을
특징으로 하는 레이저 분광 검사장치.

청구항 6

제4항에 있어서,
상기 용기에 있어서의 검사빔의 입사측의 외벽과 출사측의 외벽이 서로 평행이고,
상기 외벽이 빔광축의 직교면에 대하여 경사지도록 용기가 배치된 것을
특징으로 하는 레이저 분광 검사장치.

청구항 7

제5항에 있어서,
검사빔을 용기에 조사하는 검사위치에, 상기 용기를 상기 용기의 축심(軸心)을 중심으로 하여 회전
시키는 용기회전장치를 배치한 것을
특징으로 하는 레이저 분광 검사장치.

청구항 8

제4항 내지 제7항 중 어느 하나의 항에 있어서,
이동장치와 분광분석장치(分光分析裝置)를 구비하고,
상기 이동장치는, 투광원 및 검출기를 이동시키거나 또는 용기를 이동시키고,
상기 분광분석장치는, 상기 검출기에서 수광한 수광 데이터 중, 빔광축이 내부 스페이스의 중심을 통
과하는 위치로부터, 상기 이동의 방향의 전방과 이동의 방향의 후방의 일방(一方) 또는 양방(兩方)
으로 위치가 어긋난 검사빔에 의거하여 피분석가스의 성분을 분석하는 것을
특징으로 하는 레이저 분광 검사장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 수용체(收容體)에 대하여, 투광원(投光源)으로부터 수용체의 내부 스페이스에 레이저광(laser光)을 조사(照射)하여 피분석가스(被分析gas)를 투과시키고, 검출기에 수광(受光)시켜서 주파수 변조 분광법(周波數 變調 分光法)에 의하여 피분석가스의 가스성분량이나 농도, 압력 등을 측정하는 레이저 분광 검사방법(laser 分光 檢査方法) 및 레이저 분광 검사장치에 관한 것이다. 상기 수용체는, 의약품이나 음료, 식품 등을 수용한 밀폐식이고 또한 레이저광이 투과하는 광학적으로 투명한 바이알병(vial bottle)이나 식품용기이다. 또 상기 수용체에는, 균이나 조직의 배양에 제공되고 또한 레이저광이 투과하는 광학적으로 투명한 부분을 갖는 배양기(培養器)나, 생성설비나 연소설비에서 배기가스(피분석가스)가 이송 또는 채류되고 또한 레이저광이 투과하는 광학적으로 투명한 부분을 갖는 덕트(duct)나 탱크(tank) 등이 포함된다.

배경 기술

[0003] 주파수 변조(반도체 레이저) 분광법을 이용하여, 레이저광을 예를 들면 바이알병의 헤드 스페이스(head space)에 투과시킨다. 그리고 헤드 스페이스의 가스분자에 의하여 흡수되는 주파수의 파형의 변화에

의거하여 바이알병 내의 산소농도나 수분농도 등을 분석하는 기술이 특허문헌1에 개시되어 있다.

[0004] 특허문헌1에서는, 반송 컨베이어에 기준 바이알병과 시료 바이알병을, 예를 들면 교대로 지지시켜서 검사구역으로 반송한다. 그리고 레이저 방사장치(laser 放射裝置) 및 레이저 검출기(laser 檢出器)를 사용하여, 기준 바이알병 내의 기준가스의 압력 및 농도를 분석하고, 시료 바이알병의 검출값을 기준 바이알병의 검출값에 의하여 교정하고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) : 일본국 특허 제4445971호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 그런데 투광원으로부터 투광된 레이저광은, 투광원의 투광창(投光窓), 바이알병의 입사측(入射側)의 외벽의 표면·이면이나 출사측(出射側)의 외벽의 표면·이면을 투과한다. 이들 바이알병의 외벽의 투과시에, 레이저광의 일부가 반사하여 편광(偏光)되어 검출기에 검출되는 레이저광의 편광량을 증가시킨다. 또 반사된 반사 레이저광의 파형이 포개어짐으로써, 레이저광이 공진(共振)되거나 파장의 변화가 생긴다. 이와 같이 레이저광이 투광원 및 수광원(受光源)의 투광창 및 수광창(受光窓)이나, 바이알병의 외벽을 투과할 때에 생기는 반사광에 의하여, 공진이나 파장의 변화가 생겨서 외란요인(外亂要因)이 되어, 분석정밀도를 저하시킨다는 문제가 있었다.

[0008] 특허문헌1에서는, 기준 바이알병의 검출값에 의하여, 시료 바이알병의 검출값을 교정함으로써 분석정밀도를 높이고 있다. 그러나 기준 바이알병의 검출빈도를 많이 할 필요가 있어 검출효율이 나쁘다.

[0009] 본 발명은, 레이저광이 수용체의 외벽을 투과할 때에 생기는 반사빔에 의한 분석정밀도의 저하를 억제하여, 반복측정 정밀도가 높고 안정하게 검출을 할 수 있는 레이저 분광 검사방법 및 레이저 분광 검사장치를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0011] 본 발명에 관한 레이저 분광 검사방법은, 투광원으로부터 조사된 검사빔이, 피분석가스가 수용된 용기를 투과하여 검출기에 수광되는 레이저 분광 검사방법으로서, 검사빔이 투과하는 상기 용기의 외벽이, 검사빔의 빔광축의 직교면에 대하여 경사지도록 배치되고, 상기 외벽의 표면 및 이면에서 반사된 반사광의 진행방향을, 상기 빔광축으로부터 비키어지게 하여, 검출기에 수광되는 상기 반사광을 배제 또는 감소시키는 것을 특징으로 한다.

[0012] 또한 용기의 외벽이, 빔광축을 포함하는 평면 내에서 중공의 원형 단면이고,

[0013] 상기 빔광축을, 상기 평면 내에서 상기 외벽으로 둘러싸인 내부 스페이스의 중심으로부터 위치를 어긋나게 하는 것이 바람직하다.

[0014] 또한 상기 레이저 분광 검사방법에 있어서, 용기는, 서로 평행하게 배치된 입사측의 외벽과 출사측의 외벽을 갖고, 상기 양 외벽이, 빔광축의 직교면에 대하여 경사지도록 용기를 배치한 것이 바람직하다.

[0015] 본 발명에 관한 레이저 분광 검사장치는, 투광원으로부터 조사된 검사빔이, 피분석가스가 수용된 용기의 복수의 외벽을 순차적으로 투과하여 검출기에 수광되는 레이저 분광 검사장치로서, 검사빔이 투과하는 상기 용기의 각 외벽이, 빔광축의 직교면에 대하여 경사지도록 상기 용기를 배치시키기 위한 장치를 구비하는 것을 특징으로 한다.

- [0016] 또한 상기 레이저 분광 검사장치에 있어서, 빔광축을 포함하는 평면 내에서 외벽이 중공의 원형 단면인 용기에 대하여, 상기 빔광축이, 상기 평면 내에서 상기 외벽으로 둘러싸인 내부 스페이스의 중심으로부터 위치가 어긋나도록 배치된 것이 바람직하다.
- [0017] 또한 상기 레이저 분광 검사장치로서, 상기 용기에 있어서의 검사빔의 입사측의 외벽과 출사측의 외벽이 서로 평행이고, 상기 외벽이 빔광축의 직교면에 대하여 경사지도록 용기를 배치시키기 위한 장치를 구비한 것이 바람직하다.
- [0018] 또한 상기 레이저 분광 검사장치에 있어서, 검사빔을 용기에 조사하는 검사위치에, 상기 용기를 상기 용기의 축심을 중심으로 하여 회전시키는 용기회전장치가 배치되는 것이 바람직하다.
- [0019] 또한 이동장치와 분광분석장치를 구비하고,
- [0020] 상기 이동장치는, 투광원 및 검출기를 이동시키거나 또는 용기를 이동시키고,
- [0021] 상기 분광분석장치는, 상기 검출기에서 수광한 수광 데이터 중, 빔광축이 내부 스페이스의 중심을 통과하는 위치로부터, 상기 이동의 방향의 전방과 이동의 방향의 후방의 일방 또는 양방으로 위치가 어긋난 검사빔에 의거하여 피분석가스의 성분을 분석하는 것이 바람직하다.

발명의 효과

- [0023] 본 발명에 관한 레이저 분광 검사장치 및 레이저 분광 검사방법에 의하면, 검사빔이 투과하는 용기의 외벽이 빔광축의 직교면에 대하여 경사지게 되어 있다. 이에 따라 검사빔이 투과할 때에, 용기의 외벽의 표면이나 이면에 반사된 반사광이 빔광축으로부터 벗어나기 때문에, 검출기에서는, 반사광이 배제되거나 또는 감소되어, 내부 스페이스 내의 피분석가스만을 투과한 검사빔을 수광할 수 있다. 따라서 검출기에 검출되는 검사빔이 편광되거나 편광량이 증감되거나 공진이나 파장변화가 생기는 것이 아니어서, 주파수 변조 분광법에 의하여 피분석가스의 성분량이나 농도, 압력 등을 높은 분석정밀도로, 또한 반복측정 정밀도도 높아 안정하게 검출을 할 수 있다.
- [0024] 또한 외벽이 원형 단면인 바이알병 등의 용기에서는, 오프셋 거리를 설정하여 내부 스페이스의 중심으로부터 위치를 벗어나게 빔광축을 배치함으로써, 피분석가스를 높은 분석정밀도로 안정하게 검출할 수 있다.
- [0025] 또한 내부 스페이스의 입사측 및 출사측의 외벽이 서로 평행한, 예를 들면 몸통부가 중공의 사각형 단면 등의 용기인 경우에, 빔광축의 직교면에 대하여 외벽을 경사지게 함으로써 피분석가스를 높은 분석정밀도로 안정하게 검출할 수 있다.
- [0026] 또한 용기를 내부 스페이스의 중심 둘레로 회전시킴으로써, 피분석가스를 높은 분석정밀도로 또한 안정하게 검출할 수 있다.
- [0027] 또한 용기를 이동시켜서 연속적으로 검출하는 경우에, 분광분석장치에 의하여, 빔광축이 내부 스페이스의 중심을 통과하는 위치로부터, 이동방향 전방과 이동방향 후방의 일방 또는 양방으로 위치가 어긋난 검사빔에 의거하여 내부 스페이스 내의 피분석가스를 분석함으로써, 용기 내의 피분석가스의 성분량이나 농도, 압력 등을 높은 분석정밀도로 안정하게 검출할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0029] 도1은, 본 발명에 관한 레이저 분광 검사장치에 의한 바이알병의 검사상태를 설명하는 종단면도이다.
- 도2는, 헤드 스페이스에 있어서의 검사빔과 반사광을 설명하는, 평면에서 볼 때의 부분단면도이다.
- 도3a는, 헤드 스페이스를 나타내는, 평면에서 볼 때의 단면을 나타내는 설명도이다.
- 도3b는, 검사빔이 용기의 축심을 통과하는 상태와 검사빔의 합성파형에 있어서, 검사빔과 반사광에 의한 공진상태를 나타내는 파형그래프이다.
- 도3c는, 검사빔이 용기의 축심을 통과하는 상태와 검사빔의 합성파형에 있어서, 검사빔과 반사광에

의한 파형변형과 주기변이를 나타내는 파형그래프이다.

도4는, 본 발명에 관한 레이저 분광 검사방법을 나타내는 도면으로서, 헤드 스페이스에 있어서의 오프셋 거리를 나타내는, 평면에서 볼 때의 단면도이다.

도5는, 본 발명에 관한 레이저 분광 검사장치를 구비한 검사설비를 측면에서 볼 때의 단면도이다.

도6은, 도5에 나타내는 주요부를 측면에서 볼 때의 확대단면도이다.

도7은, 검사설비의 평면도이다.

도8은, 검사설비의 정면도이다.

도9a는, 실험결과와 실험양태에 있어서, 산소농도가 0%일 때의 측정값의 표준편차와 오프셋 거리의 관계를 나타내는 그래프이다.

도9b는, 실험결과와 실험양태에 있어서, 바이알병의 헤드 스페이스를 나타내는 반단면도이다.

도10은, 산소농도가 8%일 때의 측정값의 표준편차와 오프셋 거리의 관계를 나타내는 그래프이다.

도11은, 산소농도가 20%일 때의 측정값의 표준편차와 오프셋 거리의 관계를 나타내는 그래프이다.

도12는, 본 발명에 관한 레이저 분광 검사방법 및 레이저 분광 검사장치의 실시예1에 관한 변형예를 나타내는 도면으로서, 검사빔을 밀폐용기의 어깨부를 통과시키는 경우의 설명도이다.

도13은, 본 발명에 관한 레이저 분광 검사방법 및 장치의 실시예2에서, 중공의 사각형 단면의 헤드 스페이스를 갖는 밀폐용기에 검사빔을 조사한 상태를 나타내는, 평면에서 볼 때의 단면도이다.

도14는, 본 발명에 관한 레이저 분광 검사방법 및 장치의 실시예3을 나타내는 도면으로서, 연속이동 중에, 검사빔에 의하여 중공의 원형 단면의 용기를 검사할 때의 설명도이다.

도15는, 본 발명에 관한 레이저 분광 검사방법 및 장치의 실시예3의 변형예를 나타내는 도면으로서, 연속이동 중에, 검사빔에 의하여 중공의 사각형 단면의 용기를 검사할 때의 설명도이다.

도16a는, 본 발명에 관한 레이저 분광 검사방법 및 장치의 실시예4에서, 평면에서 볼 때에 중공의 원형 단면인 배양실의 검출상태를 나타내는 설명도이다.

도16b는, 실시예4에 있어서, 평면에서 볼 때에 중공의 사각형 단면인 배양실의 검출상태를 나타내는 설명도이다.

도17a는, 본 발명에 관한 레이저 분광장치를 더 발전시킨 응용예를 나타내는 도면으로서, 평면에서 볼 때에 중공의 사각형 단면인 수용탱크의 검출상태를 나타내는 설명도이다.

도17b는, 본 발명에 관한 레이저 분광장치의 응용예를 나타내는 도면으로서, 단면이 중공의 원형인 덕트의 검출상태를 나타내는 설명도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0030]

레이저 분광 검사장치(laser 分光 検査装置)를 구비한 검사설비는, 주파수 변조 분광법(周波數 變調 分光 法)에 의하여 소정 주파수의 검사빔(検査beam)(레이저광)을 분석하여, 투과되어 흡수된 레이저광으로부터 피분석가스의 성분량이나 농도, 압력 등을 검출하는 레이저 분광 검사장치를 구비한 것이다. 여기에서 용기(容器)로서 적시한 바이알병(vial bottle)은, 불활성분위기 중에 의료용이나 실험용 등의 약제를 밀봉한 밀폐용기이다. 실시예의 레이저 분광 검사장치는, 2개의 투광원(投光源)으로부터 바이알병의 상부에서 약제(藥劑)가 없는 헤드 스페이스(head space)(내부 스페이스)에, 예를 들면 산소분자가 흡수하는 파장(763nm)의 검사빔과, 물분자가 흡수하는 파장(1400nm)의 검사빔을 각각 조사(照射)하여 투과시켜서 검출기(檢出器)(디텍터(detector))에 각각 수광(受光)한다. 그리고 검출기에서 수광한 데이터를 주파수 변조 분광법에 의하여 다음의 분석을 한다. 즉 파형의 피크높이에 의거하여 산소농도와 수분량을 분석하고 또 파형폭에 의거하여 압력(진공도(眞空度))을 분석한다. 이에 따라 바이알병 내의 리크상태(leak狀態)나 질소치환율, 건조도 등을 비파괴검사할 수 있다.

[0031]

또 이 레이저 분광 검사장치의 검사의 적용대상은, 바이알병 내의 피분석가스이다. 또한 이 바이알병 내의 피분석가스를 바꾸고, 검사빔의 파장을 선택하여, 레이저광이 투과하는 광학적으로 투명한 부분

을 갖는 다른 밀폐용기(진공용기, 보존용기 등) 내의 피분석가스에 사용할 수 있다. 이들 밀폐용기에 있어서, 내용물이 없는 공간부 내의 피분석가스의 산소량이나 이산화탄소량 등의 검사에 사용할 수 있다.

[0032] 상기 밀폐용기는, 식품 등을 수용하는 밀폐용기나 페트병, 동물이나 식물이라는 조직분화가 현저한 다세포생물 등의 조직의 배양 및 진균류, 해조류, 원생동물, 세균류 등의 미생물균의 배양에 제공되는 샬레(schale)나 시험관, 배양기(培養器) 등이다.

[0033] 또한 응용예로서, 생성설비나 연소설비에 있어서, 밀폐용기가 아니라, 피분석가스가 이송, 체류, 저장되는 덕트(duct) 내나 탱크(tank) 내 등에서 가스성분을 리얼타임으로 분석하는 장치로서 사용될 수도 있다.

[0034] [실시예1]

[0035] 이하, 본 발명에 관한 레이저 분광 검사방법 및 레이저 분광 검사장치를 구비한 검사설비의 실시예1을, 도1~도8을 참조하여 설명한다.

[0036] (용기)

[0037] 도1에 나타내는 바와 같이 수용체(收容體)인 바이알병(밀폐용기, 이하 용기(B)라고 한다)은, 의료약품(C) 등을 봉입(封入)하는 것이다. 이 용기(B)는, 상단부에 밀폐된 입구부(Bp)와, 원형 단면(圓形 斷面)의 용기본체를 구비하고, 적어도 용기본체의 외벽(外壁)(Bwi, Bwo)은, 검사빔(레이저광)(R1)이 흡수되지 않고 투과하는 광학적으로 투명한 글라스, 또는 레이저광이 흡수되지 않는 착색투명의 글라스에 의하여 형성되어 있다. 그리고 투광원(投光源)(22A(22B))으로부터 조사된 검사빔(R1)이, 용기본체의 상부에서 내용물이 없고 또한 평면에서 볼 때에 중공(中空)의 원형 단면의 외벽(Bwi, Bwo)으로 둘러싸인 헤드 스페이스(head space)(내부 스페이스)(Bs)를 투과하도록 설정된다.

[0038] 그런데 도3a에 나타내는 바와 같이 투광원(22A(22B))으로부터 투광된 검사빔(R1)이, 용기본체의 입사측(入射側)의 외벽(Bwi)으로부터 헤드 스페이스(Bs)를 투과하고 또한 출사측(出射側)의 외벽(Bwo)을 투과하여 검출기(23A(23B))에 수광된다. 이 때에 검사빔(R1)의 레이저 광축(Ro)이, 헤드 스페이스(Bs)의 중심인 용기축심(容器軸心)(Bo)을 직교하여 교차하는 축선(軸線)(Lo)과 일치하고 있으면, 레이저 광축(Ro)에 대하여 외벽(Bwi, Bwo)의 표면이나, 이들 표면과 평행한 이면이 각각 수직으로 된다. 이 경우에, 입사측 및 출사측의 외벽(Bwi, Bwo)의 표면 및 이면이나, 투광원(22A)의 투광창(投光窓), 검출기(23A)의 수광창(受光窓)에서 각각 반사된 반사광(R2)이 발생한다. 검사빔(R1)과 함께 이들 반사광(R2)이 레이저 광축(Ro)을 따라 검출기(23A)로 되돌아가서, 외란(外亂)의 요인이 된다. 외란의 요인은, 예를 들면 검사빔(R1)과 반사광(R2)이 합성되면, 편광량(偏光量)을 증가시키거나 한다. 또 도3b에 나타내는 바와 같이 검사빔(R1)과 반사광(R2)의 광형이 포개어짐으로써 공진하여 진폭(λ)을 증가시킨다. 또한 도3c에 나타내는 바와 같이 광형이나 진폭(λ), 주파수의 변화를 생기게 하기 때문에, 반사광(R2)이 검사빔(R1)의 분석정밀도를 저하시키는 요인으로 되고 있었다.

[0039] 실시예1에서는, 도2에 나타내는 바와 같이 레이저 광축(Ro)을 포함하는, 평면에서 볼 때의 단면에 있어서, 레이저 광축(Ro)을, 용기축심(Bo)과 교차하는 축선(Lo)으로부터 오프셋 거리(δ) 비키어 놓고 있다. 이에 따라 레이저 광축(Ro)이 투과하는 외벽(Bwi, Bwo)의 표면과 이면에 있어서, 용기축심(Bo)을 통과하는 직선(법선(法線))에 대하여 레이저 광축(Ro)과의 사이에 입사각(θ_{s1} , θ_{b1} , θ_{s2} , θ_{b2})이 각각 형성된다. 그리고 외벽(Bwi, Bwo)의 표면과 이면에서 반사된 반사광(R2)의 진행방향이 레이저 광축(Ro)으로부터 벗어남으로써, 검출기(23A, 23B)에 입광(入光)되는 반사광(R2)을 배제 또는 감소시킬 수 있다.

[0040] 도4는, 용기본체의 외벽(Bwi, Bwo)의 표면의 반사광만을 표시한 것이다. 도4에 나타내는 바와 같이 평면에서 볼 때에 레이저 광축(Ro)을 포함하는 중공의 원형 단면인 외벽(Bwi, Bwo)을 갖는 용기(B)인 경우에, 실시예1에서는, 레이저 분광 검사에 더 고정밀도이고 또한 반복측정 정밀도가 높은 범위로서 오프셋 거리가 설정된다. 상기 오프셋 거리는, 평면에서 볼 때에 레이저 광축(Ro)을 포함하는 단면 상에 있어서, 레이저 광축(Ro)이, 용기축심(Bo)과 교차하는 축선(Lo)으로부터 반경방향으로 위치를 어긋나게 하는 거리이며, $\delta 1$ 이상, $\delta 2$ 이하로 나타낸다. 이에 따라 외벽(Bwi, Bwo)의 표면의 수선(法線)에 대하여 레이저 광축(Ro)에 대한 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)이 형성된다.

[0041] 이들 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)은, 오프셋 거리($\delta 1$, $\delta 2$)를 외경비로 나타내면, $\sin \theta 1 = \delta 1 / 50$, $\sin \theta 2 = \delta$

2/50으로부터 구할 수 있다.

[0042] (검사설비)

[0043] 본 발명에 관한 레이저 분광 검사장치를 구비한 검사설비를, 도1, 도5~도8을 참조하여 설명한다. 이 검사설비는, 예를 들면 약품의 제조라인으로부터 샘플링한 용기(B)(바이알병)를 정기적으로 검사하는 것이다. 이 검사설비는, 종렬(縱列)로 배치된 용기(B)를 반송라인(L)을 따라 검사위치(P1, P2)로 간헐적으로 반송하는 용기반송장치(이동장치/용기를 배치하는 장치)(10)와, 검사위치(P1, P2)에 각각 설치되어 레이저 분석을 하는 검사장치(21A, 21B)를 갖는 레이저 검사부(20)와, 2개의 검사위치(P1, P2)에 정지된 용기(B)를 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 각각 회전시키는 용기회전장치(30)와, 용기반송장치(10) 및 레이저 검사부(20) 및 용기회전장치(30)를 각각 구동제어하는 전원장치가 부착된 동작제어장치(40)와, 검사장치(21A, 21B)에 의하여 검출된 검사값(R1)에 의거하여 용기(B) 내의 산소농도와 수분량, 압력(진공도), 질소치환율 등을 검출하는 분광분석장치(41)와, 터치패널식의 조작화면(42)을 구비하고 있다.

[0044] 또 도5에 나타내는 43은 질소공급용 조작기로서, 검사위치(P1, P2)에서 투광원(22A, 22B)의 투광창과 용기(B)의 간극과, 용기(B)와 검출기(23A, 23B)의 수광창의 간극에 질소가스를 공급함으로써, 분위기 중에 포함되는 산소의 영향을 배제하여 분석정밀도를 높이는 것이다.

[0045] (용기반송장치)

[0046] 도5~도8 중 어느 하나에 나타내는 바와 같이 용기반송장치(10)는, 복수의 용기(B)를 지지하는 홀더부(holder部)(12)를 갖는 반송홀더(11)와, 기대 프레임(基臺 frame)(13)에 설치되어 반송홀더(11)를 반송라인(L)을 따라 간헐반송하는 이송구동장치(14)를 구비하고 있다. 이송구동장치(14)는 예를 들면 단동식 로봇(單動式 robot)이나 리니어 슬라이더(linear slider), 볼나사식 구동장치(ball-screw式 驅動裝置) 등으로 구성된다.

[0047] 반송홀더(11)에는, 10개의 홀더부(12)가 반송라인(L)을 따라 일정한 간격을 두고 형성되어 있다. 그리고 도6에 나타내는 바와 같이 각 홀더부(12)는, 용기(B)를 세운 상태로 용기(B)를 지지하는 원기둥모양의 지지오목부(12a)와, 지지오목부(12a)의 바닥부에 베어링(12d)을 통하여 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 회전할 수 있도록 형성된 바닥부 지지판(12b)과, 바닥부 지지판(12b)의 하부에 형성되어 용기회전장치(30)의 구동볼록부(31c)가 결합되는 수동오목부(受動凹部)(12c)를 갖고 있다.

[0048] 또 이동장치(용기를 배치하는 장치)로서, 검사위치(P1, P2)에 배치된 용기(B)에 대하여 투광원(22A, 22B) 및 검출기(23A, 23B)를 각각 이동시키는 장치이더라도 좋다. 또 용기반송장치(10)를 바꾸어서, 검사위치(P1, P2)에 홀더부(12)가 고정되고, 사람의 손으로 용기를 홀더부(12)에 공급, 배출하는 것과 같은 장치를 설치하여도 좋다.

[0049] (레이저 검사부)

[0050] 레이저 검사부(20)는, 도5, 도8에 나타내는 바와 같이 검사위치(P2)의 하류측에 세워져 설치된 검사용 서포트 프레임(24)에, 승강구동기구(예를 들면 볼나사식)로 이루어지는 높이조정장치(25)와, 접근이간구동기구(예를 들면 볼나사식)로 이루어지는 투광·수광 위치조정장치(26)가 설치된다. 그리고 이들 높이조정장치(25) 및 투광·수광 위치조정장치(26)를 사이에 두고 좌우 한 쌍의 투광용 센서 지지프레임(27S) 및 수광용 센서 지지프레임(27R)이 설치된다. 이에 따라 투광용 센서 지지프레임(27S)과 수광용 센서 지지프레임(27R)이 용기(B)에 대한 높이 및 거리를 조절할 수 있다.

[0051] 검사장치(21A, 21B)는 동일한 구조로 구성되어 있다. 검사장치(21A, 21B)는, 반송라인(L)의 우측방향에 있어서 반송방향의 전후위치에 투광용 센서 지지프레임(27S, 27S)이 각각 배치되어 있고, 반송라인(L)의 좌측방향에 있어서 반송방향의 전후위치에 수광용 센서 지지프레임(27R)이 배치되어 있다. 그리고 각 투광용 센서 지지프레임(27S)에 반도체 레이저의 투광원(22A, 22B)이 각각 설치되어 있고, 각 수광용 센서 지지프레임(27R)에 검출기(23A, 23B)가 각각 설치되어 있다. 이들 검출기(23A, 23B)는, 투광원(22A, 22B)으로부터 조사되어 용기(B)를 투과한 검사빔(레이저광)(R1)을 수광한다.

[0052] 여기에서 반송라인(L)의 상류측에 설치된 검사장치(21A)는 산소농도 검출용이고, 반송라인(L)의 하류측에 설치된 검사장치(21B)는 수분량 검출용이다.

- [0053] (용기회전장치)
- [0054] 용기회전장치(30)는, 도6에 나타내는 바와 같이 검사위치(P1, P2)의 중간위치에 세워져 설치된 축승강기(軸昇降機)(32)의 출력로드에, 검사위치(P1, P2)에 걸쳐서 설치된 승강블록(昇降block)(32a)이 부착되어 있다. 이 승강블록(32a)에, 검사위치(P1, P2)에 대응하여 2개의 중간축(31b)이 각각 베어링(31a)을 통하여 회전할 수 있도록 세워져 설치되어 있다. 또 2개의 중간축(31b)의 중간부에, 평톱니 수동기어(spur tooth 受動gear)(33c)가 각각 부착되어 있다. 또한 2개의 중간축(31b)의 상단부에, 수동오목부(12c)에 결합되는 구동볼록부(31c)가 각각 형성되어 있다.
- [0055] 축승강기(32)의 안쪽에 회전구동장치(33a)가 세워져 설치되고, 이 회전구동장치(33a)의 출력축에, 2개의 중간축(31b)의 평톱니 수동기어(33c)에 각각 맞물리는 평톱니 구동기어(33b)가 부착되어 있다. 이 평톱니 구동기어(33b)는, 축승강기(32)에 의하여 평톱니 수동기어(33c)가 승강되는 범위에서, 평톱니 수동기어(33c)와 평톱니 구동기어(33b)가 항상 맞물리도록, 중간축(31b)의 승강 스트로크(昇降 stroke)보다 폭이 넓은 두께를 갖고 있다.
- [0056] 따라서 제1검사위치(P1) 및 제2검사위치(P2)에 각각 피검사용의 용기(B)가 지지된 홀더부(12)가 정지되면, 축승강기(32)가 기동되어 구동볼록부(31c)가 상승된다. 이에 따라 회전구동장치(33a)가 기동되어 평톱니 구동기어(33b) 및 평톱니 수동기어(33c)를 통하여 중간축(31b)이 회전된다. 그리고 각 구동볼록부(31c)가 각각 양 홀더부(12)의 수동오목부(12c)에 결합되어, 2개의 홀더부(12)의 용기(B)가 각각 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 일정한 속도로 회전된다.
- [0057] 그런데 종래에는, 검사위치에 대한 용기의 정지정밀도나 반송장치에 대한 부품의 가공정밀도에 의하여 중간축(31b)과 홀더부(12)의 위치 어긋남이 발생하여, 수동오목부(12c)에 구동볼록부(31c)가 양호하게 결합되지 않아, 바이알병(B)의 회전불량이 생기거나, 바이알병(B)의 회전속도가 불균일하게 된다는 문제가 있었다. 그러나 이 실시예1에서는, 승강블록(32a)에 베어링(31a)을 통하여 중간축(31b)이 회전할 수 있도록 세워져 설치되어 있다. 한편 수동오목부(12c)를 갖는 바닥부 지지판(12b)이 베어링(12d)을 통하여 홀더부(12)의 바닥부에 지지되어 있다. 이에 따라 2개의 베어링(31a, 12d)에 의하여 중간축(31b)의 경사가 흡수되기 때문에, 중간축(31b)과 수동오목부(12c)에 위치 어긋남이 발생하는 경우가 있더라도, 회전구동장치(33a)에 의하여 바이알병(B)이 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 원활하게 회전된다. 이와 같이 바이알병(B)이 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 일정한 속도로 회전됨으로써, 바이알병(B)의 두께오차에 의한 측정오차를 평균화할 수 있기 때문에, 안정된 검출값이 얻어져서 반복 측정 정밀도를 높게 할 수 있다.
- [0058] (실험예)
- [0059] 도9a~도11은, 상기 검사설비를 사용하여, 3종류의 바이알병(수용체)(B)의 헤드 스페이스(Bs)의 피검출가스를 측정한 실험그래프이다. 3종류의 바이알병(B)의 피검출가스는 각각 산소농도가 0%, 8%, 20%로 설정되어 있다. 여기에서 가로축은 오프셋 거리(외경비%), 세로축을 표준편차로 하고 있다. 3종류의 바이알병(B)은, 케이스1에서는 외경이 30.2mm, 외벽의 두께가 1.5mm(내경 27.2mm)이고, 케이스2에서는 외경이 24.3mm, 외벽의 두께가 1.2mm(내경 21.9mm)이고, 케이스3에서는 외경이 18.0mm, 외벽의 두께가 1.0mm(내경 16.0mm)이다.
- [0060] 상기 실험에서는, 투광원(22A)으로부터 산소분자가 흡수되는 파장(763nm)의 검사빔(R1)을 바이알병(B)의 헤드 스페이스(Bs)에 각각 10초간 조사하여 투과시키고, 이것을 검출기(23A)에 의하여 수광하였다. 측정 시에 바이알병(B)은 각각 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 회전시켰다. 그리고 주파수 변조 분광법에 의하여, 파형의 피크높이에 의거하여 산소농도를 분석하여, 10회분의 측정 데이터로부터 표준편차를 구하였다.
- [0061] (오프셋 거리)
- [0062] 도9a~도11을 각각 참조하면, 오프셋 거리(외경비%) $\delta_{\min}(\delta 1)$ 가 0% 및 그 근방에서, 검사빔(R1)이 축선(Lo)이나 그 근방을 투과하는 경우에, 표준편차가 커서 반복측정 정밀도가 낮은 것을 알 수 있다. 이러한 경향은 오프셋 거리(외경비%) $\delta_{\min}$ 가 약 10%의 범위로 될 때까지 계속되고 있다. 또 오프셋 거리(외경비%) $\delta_{\max}(\delta 2)$ 가 30%~40%의 사이에서 표준편차가 작아지게 되어 반복측정 정밀도가 향상되고, 30%~40%를 넘으면 다시 표준편차가 커지게 되는 것을 알 수 있다.

[0063] 그런데 산소농도가 낮을수록 산소분자의 수량은 감소하기 때문에, 분석정밀도가 낮아서 검출값의 격차가 커지기 쉬워지는 것으로 추정되지만, 이 실험에서는 그러한 경향은 보이지 않는다. 단, 용기외경이 큰 케이스1은, 용기외경이 작은 케이스2나 케이스3과 비교하여, 오프셋 거리 $\delta_{\min}$, $\delta_{\max}$ 에 대응하여 표준편차가 작은 범위가 넓어서 반복측정 정밀도가 높다. 이것은, 오프셋 거리 $\delta_{\max}$ 가 길어지더라도 용기외경(헤드 스페이스(Bs)의 내경)이 크면, 충분한 투과거리(L_s)가 확보되기 때문인 것으로 생각된다. 따라서 예를 들면 외경이 75mm와 같이 큰 바이알병의 경우에, 오프셋 거리 $\delta_{\min}$ — $\delta_{\max}$ 가 넓은 범위에서, 표준편차가 작아지게 되어 반복측정 정밀도가 높게 확보될 수 있어, 광범위한 측정 가능 영역을 갖는 것으로 추측된다.

[0064] 이하, 반복측정 정밀도가 높은 표준편차 : 0.050에 있어서, 오프셋 거리(외경비%) $\delta_{\min}$, $\delta_{\max}$ 를 표1에 나타내고, 또 검사빔(R1)의 입사각 $\theta_{\min}$, $\theta_{\max}$ 를 표2에 나타내고, 검사빔(R1)의 투과거리 $L_{s,\min}$, $L_{s,\max}$ (외경비%)를 표3에 나타내었다.

[0065] (오프셋 거리)

표 1

표준편차가 0.050일 때의 오프셋 거리(외경비%)

	O2 농도 0%				O2 농도 8%				O2 농도 20%			
	L(%)		R(%)		L(%)		R(%)		L(%)		R(%)	
	$\delta_{\max}$	$\delta_{\min}$	$\delta_{\min}$	$\delta_{\max}$	$\delta_{\max}$	$\delta_{\min}$	$\delta_{\min}$	$\delta_{\max}$	$\delta_{\max}$	$\delta_{\min}$	$\delta_{\min}$	$\delta_{\max}$
케이스1	-38	-8	8	32	-36.5	-9	9	31	-38	-8	9	31
케이스2	-32	-15	11	28	-33	-15	11	28	-34	-15	11.5	28
케이스3	-30	-14.5	13	25	-32.5	-17.5	11.5	22.5	-31	-17	11	25

[0066]

[0067] 예를 들면 용기(B)의 외경이 약 15~30mm에 있어서, 표1에 나타내는 바와 같이 표준편차가 0.050 이하로 되는 오프셋 거리(외경비%)의 범위는, 케이스1에서는 $\delta_{\min} = \pm 8\%$ 이상, $\delta_{\max} = \pm 38\%$ 이하이고, 케이스3에서는 $\delta_{\min} = \pm 11\%$ 이상, $\delta_{\max} = \pm 32.5\%$ 이하이다. 따라서 실험값인 것을 고려하면, 오프셋 거리(외경비%) $\delta_{\min}$, $\delta_{\max}$ 는, 적합한 값으로서 용기외경에 대하여 8% 이상, 30% 이하가 적합한 범위이다. 이것은 오프셋 거리(외경비%) $\delta_{\min}$ 가 8% 미만이거나 또는 $\delta_{\max}$ 가 30%를 넘으면, 분석정밀도가 낮아져서 격차가 커지게 되어 반복측정 정밀도가 저하되기 때문이다. 또한 오프셋 거리(외경비%) $\delta_{\min}$, $\delta_{\max}$ 를 10% 이상, 25% 이하의 최적의 범위로 함으로써 표준편차가 더 작아지게 되어, 더 높은 분석정밀도에 의하여 격차가 적어지게 되어 반복측정 정밀도를 더 높게 할 수 있다.

[0068] 이와 같이 용기외경에 대응하여 적절한 오프셋 거리 $\delta_{\min}$, $\delta_{\max}$ 를 설정함으로써 높은 분석정밀도로 측정이 가능하여, 격차가 적어져서 반복측정 정밀도를 높게 할 수 있다.

[0069] 또 케이스2의 실험에서는, 피측정가스의 산소농도에 관계없이 오프셋 거리 $\delta_{\min} = -12\%$ 의 검출값일 때에 격차가 커서 편차가 큰 것이 나타나 있지만, 여기에서 투광원(22A)이나 검출기(23A)에 대하여 레이저 광축(Ro)에 어긋남이 생겼거나 또는 다른 트러블이 발생하고 있었을 가능성이 있다.

[0070] (입사각)

표 2

표준편차가 0.050일 때의 검사범의 입사각(°)

	O2농도 0%				O2농도 8%				O2농도 20%			
	L(°)		R(°)		L(°)		R(°)		L(°)		R(°)	
	$\theta_{\max}$	$\theta_{\min}$	$\theta_{\min}$	$\theta_{\max}$	$\theta_{\max}$	$\theta_{\min}$	$\theta_{\min}$	$\theta_{\max}$	$\theta_{\max}$	$\theta_{\min}$	$\theta_{\min}$	$\theta_{\max}$
케이스1	-49.5	-9.2	9.2	39.8	-46.9	-10.4	10.4	38.3	-49.5	-9.2	10.4	38.3
케이스2	-39.8	-17.5	12.7	34.1	-41.3	-17.5	12.7	34.1	-42.8	-17.5	13.3	34.1
케이스3	-36.9	-16.9	15.1	30.0	-40.5	-20.5	13.3	26.7	-38.3	-19.9	12.7	30.0

[0071]

[0072]

표2에 나타내는 바와 같이 오프셋 거리(외경비%) $\delta_{\min}$, $\delta_{\max}$ 에 의거하여 외벽(표면)의 수선(법선)에 대한 레이저 광축(Ro)의 입사각 $\theta_{\min}$, $\theta_{\max}$ 를, $\sin\theta_{\min} = \delta_{\min}/50$, $\sin\theta_{\max} = \delta_{\max}/50$ 으로부터 구할 수 있다. 그리고 용기(B)의 외경이 약 15~30mm인 경우에, 표준편차가 0.050 이하로 되는 입사각의 적합한 범위는, 케이스1에서는 $\theta_{\min} = \pm 9.2^\circ$ 이상, $\theta_{\max} = 49.5^\circ$ 이하가 되고, 또 케이스3에서는 $\theta_{\min} = \pm 12.7^\circ$ 이상, $\theta_{\max} = \pm 40.5^\circ$ 이하가 되는 것을 알 수 있다.

[0073]

따라서 이 실험결과로부터, 외벽(Bwi, Bwo)의 표면의 수선에 대한 레이저 광축(Ro)의 입사각 $\theta_{\min}$, $\theta_{\max}$ 는, 9° 이상, 50° 이하가 적합한 범위이다. 레이저 광축(Ro)의 입사각 $\theta_{\min}$, $\theta_{\max}$ 가 9° 미만이거나 또는 50° 를 넘으면, 분석정밀도가 낮아지게 되어 격차가 커서 반복측정 정밀도가 저하되기 때문이다. 그리고 레이저 광축(Ro)의 입사각 $\theta_{\min}$, $\theta_{\max}$ 가 15° 이상, 35° 이하의 최적의 범위로 함으로써, 더 높은 분석정밀도에 의하여 격차가 적어지게 되어 반복측정 정밀도를 충분히 높게 할 수 있다.

[0074]

또 여기에서 용기외경에 대하여 외벽의 두께가 얇은 경우에, 외벽 표면과 외벽 이면의 반사각의 차이는 작아지기 때문에, 대략 동일하게 된다. 여기에서 「대략 동일」이라는 것은, 물리적으로 「동일한 값」은 물론 「매우 접근하는 값」을 포함하는 개념이다.

[0075]

(투과거리)

표 3

표준편차가 0.050일 때의 헤드 스페이스 내의 투과거리
[외경비(내경비와 대략 동일)%]

	O2농도 0%				O2농도 8%				O2농도 20%			
	L(%)		R(%)		L(%)		R(%)		L(%)		R(%)	
	Ls. mim	Ls. max	Ls. max	Ls. mim	Ls. mim	Ls. max	Ls. max	Ls. mim	Ls. mim	Ls. max	Ls. max	Ls. mim
케이스1	65.0	98.7	98.7	76.8	68.3	98.4	98.4	78.5	65.0	98.7	98.4	78.5
케이스2	76.8	95.4	97.5	82.8	75.1	95.4	97.5	82.8	73.3	95.4	97.3	82.8
케이스3	80.0	95.7	96.6	86.6	76.0	93.7	97.3	89.3	78.5	94.0	97.5	86.6

[0076]

[0077]

예를 들면 용기외경이 약 15~30mm에 있어서, 표준편차가 0.050으로 되는 적합한 범위는, 케이스1에서 투과거리(내경비%)의 최소값 Ls.min이 65.0%, 투과거리(내경비%)의 최대값 Ls.max가 98.7%이다. 또 케이스2에서, 투과거리(내경비%)의 최소값 Ls.min이 73.3%이고, 투과거리(내경비%)의 최대값 Ls.max가

97.5%이다. 또한 케이스3에서, 투과거리(내경비%)의 최소값 $Ls.min$ 이 76.0%, 투과거리(내경비%)의 최대값 $Ls.max$ 가 97.5%이다. 따라서 이 실험에서, 투과거리(내경비%)(Ls)의 적합한 범위는, 최소값 $Ls.min$ 이 65% 이상, 최대값 $Ls.max$ 가 99% 이하이다. 이것은, 투과거리(내경비%)의 최소값 $Ls.min$ 이 65% 미만이거나 또는 최대값 $Ls.max$ 가 99%를 넘으면, 표준편차가 0.050을 넘어서 격차가 커지게 되어 반복측정 정밀도가 낮아지기 때문이다. 또 투과거리(내경비%)의 최소값 $Ls.min$ 을 76% 이상, 최대값 $Ls.max$ 를 99% 이하로 함으로써 최적값이 된다. 이에 따라 충분히 높은 측정정밀도가 얻어져서 격차도 적어 반복 측정 정밀도가 매우 높아진다.

[0078] 그런데 오프셋 거리 δmin , δmax 에 대하여, 헤드 스페이스(Bs)의 투과거리(Ls)의 감소에 의하여 표준편차가 커지게 되는 요소는, 용기(B)(헤드 스페이스(Bs))의 크기에 의존하고 있다. 예를 들면 외경이 75mm인 바이알병에서는, 투과거리(내경비) $Ls.min$ 이 충분히 길기 때문에, 표준편차의 분포가 더 플랫하게 되고 투과거리(내경비) $Ls.min$ 이 용기내경의 30% 이상이면, 높은 분석정밀도로 안정된 측정이 가능하게 되는 것으로 추정된다. 반면, 바이알병을 바꾸어서, 주사기의 시린지를 밀폐용기로서 사용하는 경우에, 용기내경이 8mm 정도로 되기 때문에, 표준편차가 커서 낮은 분석정밀도에 의하여 격차가 큰 검출이 될 가능성이 있다. 따라서 이 경우에는, 적어도 용기내경의 80~90% 이상의 투과거리(내경비) $Ls.min$ 을 확보할 필요가 있다고 생각된다.

[0079] 또 여기에서 용기외경에 대하여 외벽의 두께가 얇은 경우에, 내경에 대한 투과거리와 외경에 대한 투과거리는 대략 동일하게 된다. 여기에서 「대략 동일」이라는 것은, 물리적으로 「매우 접근하는 값」을 포함하는 개념이다.

[0080] (실험의 정리)

[0081] 상기 실험결과로부터, 예를 들면 용기외경이 약 15~30mm 정도인 중공의 원형 단면의 바이알병인 경우에, 오프셋 거리(외경비) $\delta min \sim \delta max$ 는, 적합한 범위로서 외경비로 8% 이상, 30% 이하의 범위가 바람직하고, 최적의 범위로서 외경비로 10% 이상, 25% 이하가 바람직하다.

[0082] 또한 빔광축(Ro)의 외벽(Bwi , Bwo)의 수선에 대한 입사각 $\theta min \sim \theta max$ 는, 적합한 범위로서 9° 이상, 50° 이하가 바람직하고, 최적의 범위로서 15° 이상, 35° 이하가 바람직하다.

[0083] 또한 용기(B)의 외경에 대한 투과거리 $Ls.min$ 은, 적합한 값으로서 65% 이상 확보되는 것이 바람직하고, 최적값으로서 76% 이상 확보되는 것이 더 바람직하다.

[0084] (실시예의 효과)

[0085] 상기 실시예1에 의하면, 검사빔($R1$)을, 축선(Lo)으로부터 적정한 오프셋 거리($\delta 1$, $\delta 2$)의 범위에서 위치를 어긋나게 한다. 이에 따라 검사빔($R1$)이 광학적으로 투과하는 용기(B)의 외벽(Bwi , Bwo)이 빔광축(Ro)의 직교면에 대하여 경사지게 되어, 투광원(22A(22B))으로부터 조사된 검사빔($R1$)이 투과할 때에, 용기(B)의 외벽(Bwi , Bwo)의 표면이나 이면에 반사된 반사광($R2$)이 빔광축(Ro)으로부터 벗어난다. 따라서 검출기(23A(23B))에서는, 수광되는 반사광($R2$)이 배제되거나 또는 감소되어, 헤드 스페이스(Bs)내의 피분석가스만을 투과한 검사빔($R1$)을 수광할 수 있다. 이에 따라 검출기(23A(23B))에 검출되는 검사빔($R1$)이 편광되거나, 편광량이 증감되거나, 공진이나 파장변화가 생기는 것이 아니어서, 주파수 변조 분광법에 의하여 피분석가스의 성분량이나 농도, 압력 등을 높은 분석정밀도로, 또한 반복측정 정밀도를 높게 측정할 수 있다.

[0086] 또한 외벽(Bwi , Bwo)이 중공의 원형 단면인 용기(B)에서는, 헤드 스페이스(Bs)의 용기축심(Bo)으로부터 오프셋 거리 δmin , δmax 의 적합한 범위에 빔광축(Ro)을 배치함으로써, 피분석가스를 높은 분석정밀도로 안정하게 검출, 분석할 수 있다. 또한 용기(B)를 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 회전시킴으로써, 피분석가스를 더 높은 분석정밀도로 안정하게 검출할 수 있다.

[0087] 또 상기 실시예1에서는, 검사빔($R1$)이 투과하는 평면에서 볼 때의 단면 상에서의 오프셋 거리($\delta 1$, $\delta 2$) 및 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)을 사용하여 설명하였지만, 도12에 나타내는 바와 같이 예를 들면 검사빔($R1$)이 용기(B)의 어깨부(경사부)를, 용기축심(Bo)에 교차되어 투과하여, 검사빔($R1$)에 대하여, 종단면에서 볼 때에 있어서의 외벽(Bwi , Bwo)의 수선에 대하여 입사각($\gamma 1$, $\gamma 2$)을 갖도록 하여도 좋다. 이 경우에는, 투과거리(Ls)가 짧아지는 경향이 있기 때문에, 충분한 길이의 투과거리(Ls)를 확보할 필요가 있다.

- [0088] [실시예2]
- [0089] 도13에 나타내는 바와 같이 사각형 용기(용기)(B1)에 대하여, 그 헤드 스페이스(Bs)에 검사빔(R1)을 투과시켜서 검사한다. 이 사각형 용기(B1)는, 서로 평행한 외벽(Bwi, Bwo)으로 둘러싸인 중공의 사각형 단면이다. 이 사각형 용기(B1)의 헤드 스페이스(Bs)에 검사빔(R1)을 투과시켜서 검사하는 경우에, 검사빔(R1)의 빔광축(Ro)에 대하여, 사각형 용기(B1)를 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 소정 각도 범위에서 회전시켜서 경사자세로 한다. 이에 따라 외벽(Bwi, Bwo)의 수선에 대한 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)을 형성할 수 있다. 이 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)은, 실시예1의 실험에 있어서의 표2의 데이터를 참고로 할 수 있다. 물론 빔광축(Ro)을 용기축심(Bo)에 교차시킬 필요는 없다.
- [0090] 표2의 데이터에 의하면, 중공의 원형 단면의 용기(B)인 경우에, 외벽(Bwi, Bwo)의 표면의 수선(법선)에 대한 레이저 광축(Ro)의 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)은, 9° 이상, 50° 이하가 적합한 범위이다. 또 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)은, 15° 이상, 35° 이하가 최적의 범위이다. 따라서 사각형 용기(B1)도 마찬가지로, 그 입사각(θ)은 9° 이상, 50° 이하가 적합한 범위가 되고, 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)이 15° 이상, 35° 이하인 경우가 최적의 범위가 된다. 이에 따라 높은 분석정밀도로, 또한 반복측정 정밀도가 높아서 안정하게 측정할 수 있다. 여기에서 레이저 광축(Ro)의 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)이 9° 미만인 경우에는, 분석정밀도가 낮아서 반복측정 정밀도가 낮다. 또 레이저 광축(Ro)의 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)이 50° 를 넘는 경우에도, 분석정밀도가 낮아서 반복측정 정밀도가 낮아지기 때문이다.
- [0091] 이에 따라 검사빔(R1)이 투과할 때에, 사각형 용기(B1)의 외벽(Bwi, Bwo)의 표면이나 이면에서 반사된 반사광(R2)이 빔광축(Ro)으로부터 벗어나는 방향으로 반사되기 때문에, 검출기(23A, 23B)에 수광되는 반사광(R2)이 배제되거나 또는 감소되어, 주파수 변조 분광법에 의하여 헤드 스페이스(Bs) 내의 피분석가스의 성분량이나 농도, 압력 등을 높은 분석정밀도로, 또한 반복측정 정밀도가 높아서 안정하게 측정할 수 있다.
- [0092] 또 사각형 용기(B1)인 경우에, 사각형 용기(B1)를 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 회전시켜서 경사자세로 함으로써, 헤드 스페이스(Bs) 내의 투과거리(Ls)가 증가되며, 감소되는 것이 아니다. 따라서 중공의 원형 단면인 용기(B)와 비교하여 검출값의 표준편차가 더 플랫폼하게 된다.
- [0093] [실시예3]
- [0094] 실시예1에서는, 간헐반송된 용기(B)를 검사위치(P1, P2)에서 일단 정지시키고, 검사빔(R1)을 조사하여 검출하였다. 실시예3에서는, 도14에 나타내는 바와 같이 연속하여 용기(B)를 반송하고, 용기(B)가 검사위치(P1, P2)를 통과하는 중에 검사빔(R1)을 조사하여 헤드 스페이스(Bs) 내의 피분석가스를 검출한다.
- [0095] 이 경우에 일정한 속도로 검사위치(P1, P2)를 이동하는 용기(B)에 대하여, 투광원(22A(22B))으로부터 연속적으로 용기(B)의 헤드 스페이스(Bs)에, 평면에서 볼 때의 단면의 전역(全域)에 걸쳐서 검사빔(R1)이 조사되어 검출기(23A(23B))에 수광된다. 이 때에 분광분석장치(41)에서는, 검출기(23)에 수광되는 용기(B)의 단면의 전역에 걸쳐서 검사빔(R1)의 데이터가 취득되지만, 이 데이터 중에서 빔광축(Ro)이 헤드 스페이스(Bs)의 용기축심(Bo)을 통과하는 축선(Lo)으로부터, 이동방향 전방으로 위치가 어긋난 범위($\Delta 1$)와, 이동방향 후방으로 위치가 어긋난 범위($\Delta 2$)의 일방 또는 양방의 검사빔(R1)의 데이터가 선택되어, 헤드 스페이스(Bs) 내의 피분석가스가 분석된다.
- [0096] 여기에서 이동방향 전방의 범위($\Delta 1$) 및 이동방향 후방의 범위($\Delta 2$)는, 표1의 오프셋 거리($\delta 1$, $\delta 2$)의 데이터를 참조할 수 있다. 표1에 의하면, 용기외경이 약 15~30mm에 있어서, 축선(Lo)으로부터 전방으로, 외경비로 30% 이하, 8% 이상의 범위가 적합한 범위($\Delta 1$)이고, 축선(Lo)으로부터 후방의 적정 범위가, 외경비로 8% 이상, 30% 이하가 적합한 범위($\Delta 2$)이다. 또한 축선(Lo)으로부터 전방으로, 외경비로 25% 이하, 10% 이상의 범위가 최적의 범위($\Delta 1$)이고, 축선(Lo)으로부터 후방으로, 외경비로 10% 이상, 25% 이하의 범위가 최적의 범위($\Delta 2$)인 것으로 할 수 있다. 따라서 적합한 범위($\Delta 1$)에서 측정 데이터를 취득함으로써 높은 분석정밀도로, 또한 반복측정 정밀도가 높아서 안정하게 측정할 수 있다.
- [0097] 물론 검사위치(P1, P2)를 이동하는 중에, 용기(B)를 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 회전시킴으로써, 더 높은 분석정밀도로 격차가 없는 안정된 검출값을 얻을 수 있다.

- [0098] 또 실시예3에서는, 투광원(22A(22B))과 검출기(23A(23B))를 고정하고 용기(B)를 이동시켰지만, 용기(B)를 고정상태로 하고 투광원(22A(22B))과 검출기(23A(23B))를 동기(同期)하여 이동시키는 것이더라도 좋다.
- [0099] 또 도15에 사각형 용기(B1)를 이동시키는 경우를 나타낸다. 검사위치(P1, P2)에서 검사빔(R1)을 용기축심(Bo)의 근방위치(물리적으로 용기축심(Bo)과 동일위치는 물론 용기축심(Bo)의 근방을 포함하는 개념이다)를 투과시키더라도, 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)이 균등하게 되기 때문에, 반복측정 정밀도가 저하되는 것이 아니다. 이 때의 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)은 표2를 참조할 수 있다. 표2에 의하면, 외벽(표면, 이면)의 수선(법선)에 대한 레이저 광축(Ro)의 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)이 9° 이상, 50° 이하의 범위가 적합한 검사범위(Δ)가 된다. 또 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)이 15° 이상, 35° 이하의 범위가 최적의 검사범위(Δ)가 된다. 이 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)이 되도록 사각형 용기(B1)를 용기축심(Bo)을 중심으로 하여 회전시켜서 경사자세로 배치하고, 입사각($\theta 1$, $\theta 2$)이 변동되지 않는 검사범위(Δ)의 데이터를 선택하고, 그 검사범위(Δ)에 의거하여 분광하여 검사할 수 있다. 이에 따라 높은 분석정밀도로, 또한 반복측정 정밀도가 높아서 안정하게 측정할 수 있다.
- [0100] [실시예4]
- [0101] 실시예1에서는, 수용체를 바이알병으로 하였지만, 도16a 및 도16b에 나타내는 바와 같이 수용체를, 예를 들면 미생물이나 균류의 배양에 제공되는 샬레나 시험관, 배양기 등 레이저광이 투과되는 광학적으로 투명한 부분을 갖는 진공용기(용기)(B2, B3)로 할 수도 있다.
- [0102] 도16a에 나타내는 바와 같이 광학적으로 투명한 외벽(Bw)으로 둘러싸인, 평면에서 볼 때에 중공의 원형 단면으로 배양실(Bs)을 형성하는 진공용기(B2)인 경우에, 진공용기(B2)의 용기축심(Bo)으로부터 소정의 오프셋 거리(δ)만큼 위치를 어긋나게 하여 검사빔(R1)이 투과하도록 투광원(22), 레이저 광축(Ro), 검출기(23)를 설치하면 좋다. 이 때의 용기축심(Bo)을 통과하는 축선(Lo)에 대한 오프셋 거리(δ)는 표1을 참조할 수 있다. 표1에 의하면, 축선(Lo)에 대한 오프셋 거리(δ)는, 외경비로 8% 이상, 30% 이하가 적합한 범위이고, 외경비로 10% 이상, 25% 이하가 최적의 범위이다. 오프셋 거리(δ)를 적합한 범위로 함으로써, 높은 분석정밀도로 격차가 없는 안정된 검출값을 얻을 수 있다. 또한 충분한 투과거리(Ls)를 확보할 수 있으면, 더 넓은 범위에서 안정된 검출이 가능하게 된다.
- [0103] 도16b에 나타내는 바와 같이 중공의 사각형 단면의 배양실(Bs)을 형성하는 사각형 진공용기(B3)에는, 서로 평행한 외벽에 광학적으로 투명한 감시창(監視窓)(외벽)(Bt)이 형성되어 있다. 이 사각형 진공용기(B3)의 경우에, 실시예2와 마찬가지로, 감시창(Bt)의 표면 및 이면의 수선에 대한 레이저 광축(Ro)의 입사각(θ)을 각각 형성한다. 이 때의 입사각(θ)은, 표2의 데이터를 참조로 할 수 있다. 표2에 의하면, 감시창(Bt)의 수선에 대한 입사각(θ)의 적합한 범위는 9° 이상, 50° 이하이고, 최적의 범위는 15° 이상, 35° 이하이다. 이러한 입사각(θ)이 되도록 사각형 진공용기(B3) 또는 레이저 광축(Ro), 투광원(22), 검출기(23)를 배치함으로써, 감시창(Bt) 표면이나 이면에 반사된 반사광이 배제되거나 또는 감소되어, 배양실(Bs) 내의 피분석가스의 성분량이나 농도, 압력 등을 높은 분석정밀도로, 또한 반복측정 정밀도가 높아서 안정하고 효율적으로 측정할 수 있다.
- [0104] [응용예]
- [0105] 상기 실시예1~4에서는, 바이알병이나 밀폐용기, 진공용기에 밀폐된 피분석가스를 검사대상으로 하였지만, 응용예로서 생성설비나 제조장치, 연소기관, 연소로 등으로부터 배출되는 생성가스나 배기가스 등의 피분석가스를 리얼타임으로 검사하는 레이저광 분광 검사장치에 적용할 수 있다.
- [0106] 즉 도17a에 나타내는 바와 같이 예를 들면 가스 덕트에, 피분석가스를 일단 채류시키는 사각형 단면의 검출용의 탱크(T)를 설치하고, 이 탱크(T)에 있어서 서로 평행한 외벽에, 광학적으로 투명한 감시창(Tw)을 형성하고, 실시예2, 4와 마찬가지로 감시창(Tw)의 표면 및 이면의 수선에 대한 레이저 광축(Ro)의 입사각(θ)을 형성한다. 입사각(θ)은 표2의 데이터를 참조로 할 수 있다. 표2에 의하면, 감시창(Tw)의 표면 또는 이면의 수선에 대한 입사각(θ)이 9° 이상, 50° 이하가 적합한 범위이고, 입사각(θ)이 15° 이상, 35° 이하가 최적의 범위이다. 이에 따라 감시창(Tw)의 표면이나 이면에 반사된 반사광이 배제되거나 또는 감소되기 때문에, 탱크(T) 내의 피분석가스의 성분량이나 농도, 압력 등을 높은 분석정밀도로 측정할 수 있고 또한 반복측정 정밀도가 높아서 안정하고 효율적으로 측정할 수 있다.

[0107] 또 도17b에, 중공의 원형 단면의 가스 덕트(D) 내를 통과하는 피분석가스를 검사하는 레이저 분광 검사장치에 적용하는 경우를 나타낸다. 가스 덕트(D)의 외벽의 대향부분(對向部分)에, 광학적으로 투명한 감시창(Dt)이 형성된다. 그리고 가스 덕트(D)의 공간부(Ds)에 있어서, 그 축심(Do)을 통과하는 축선(Lo)으로부터 소정의 오프셋 거리(δ)만큼 오프셋(위치 어긋남)하여 검사빔(R1)이 투과하도록 투광원(22), 레이저 광축(Ro), 검출기(23)를 설치하면 좋다.

[0108] 이 때의 오프셋 거리(δ)는, 표1의 데이터를 참조로 할 수 있다. 표1에 의하면, 오프셋 거리(δ)는 가스 덕트(D)의 외경비로 8% 이상, 30% 이하가 적합한 범위이고, 외경비로 10% 이상, 25% 이하가 최적의 범위이다. 이에 따라 가스 덕트(D) 내의 피분석가스의 성분량이나 농도, 압력 등을 높은 분석정밀도로, 또한 반복측정 정밀도가 높아서 안정하고 효율적으로 측정할 수 있다. 또 가스 덕트(D)의 내경이 커서 충분한 투과거리(Ls)를 확보할 수 있으면, 더 넓은 범위에서 안정된 검출이 가능하게 된다.

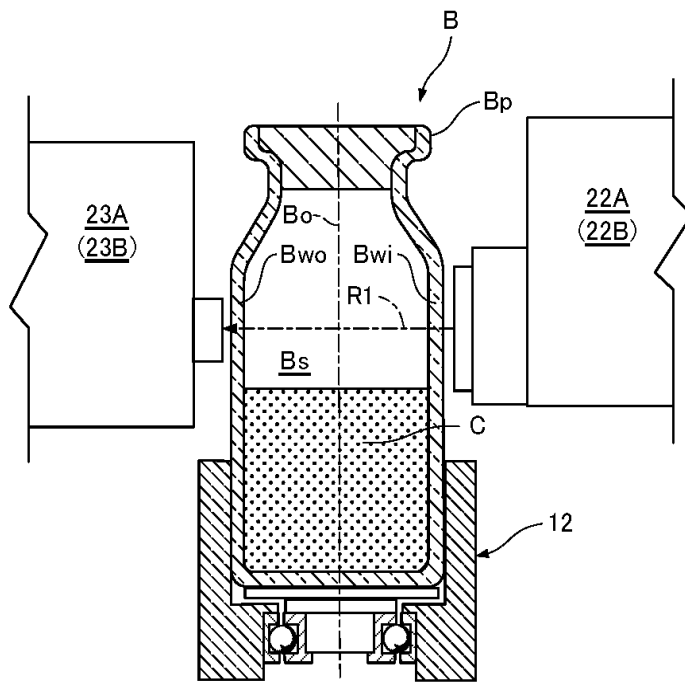
부호의 설명

[0110] $\delta 1$, $\delta 2$: 오프셋 거리
 $\Theta 1$, $\Theta 2$: 입사각
 $\Delta 1$: 전방의 범위
 $\Delta 2$: 후방의 범위
B : 용기(바이알병)
Bs : 헤드 스페이스
Bwi : 입사측의 외벽
Bwo : 출사측의 외벽
P1, P2 : 검사위치
L : 반송라인
Lo : 축선
R1 : 검사빔
R2 : 반사광
Ro : 빔광축
10 : 용기반송장치
11 : 반송홀더
12 : 홀더부
13 : 기대 프레임
14 : 이송구동장치
20 : 레이저 검사부
21A, 21B : 검사장치
22A, 22B, 22 : 투광원
23A, 23B, 23 : 검출기
24 : 검사용 서포트 프레임
25 : 높이조정장치

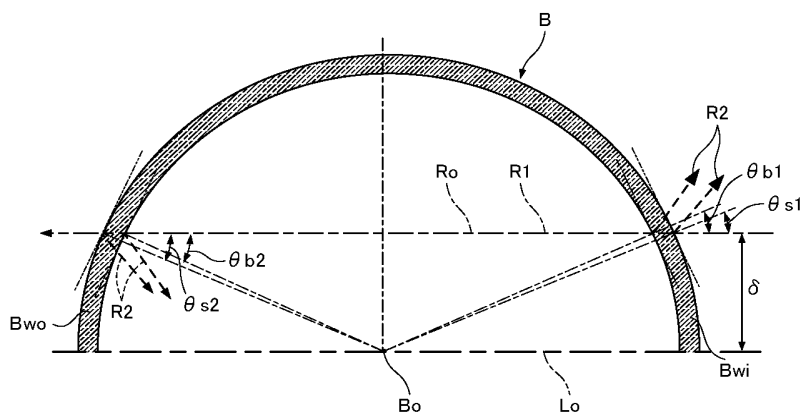
- 26 : 투광·수광 위치조정장치
- 30 : 용기회전장치
- 40 : 동작제어장치
- 41 : 분광분석장치
- 42 : 조작화면
- 43 : 질소공급용 조작기

도면

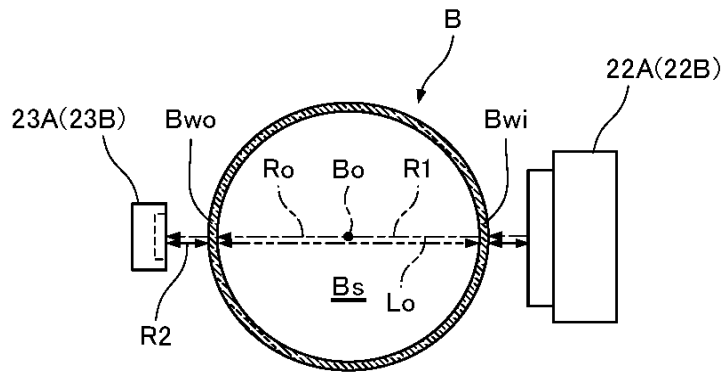
도면1



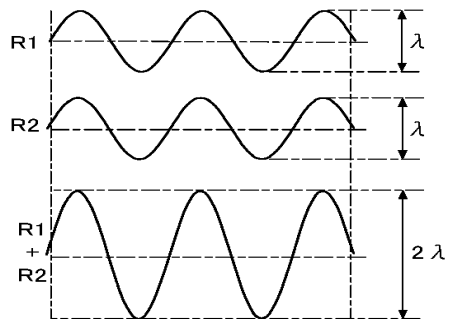
도면2



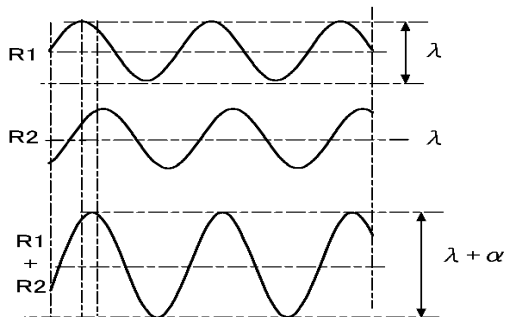
도면3a



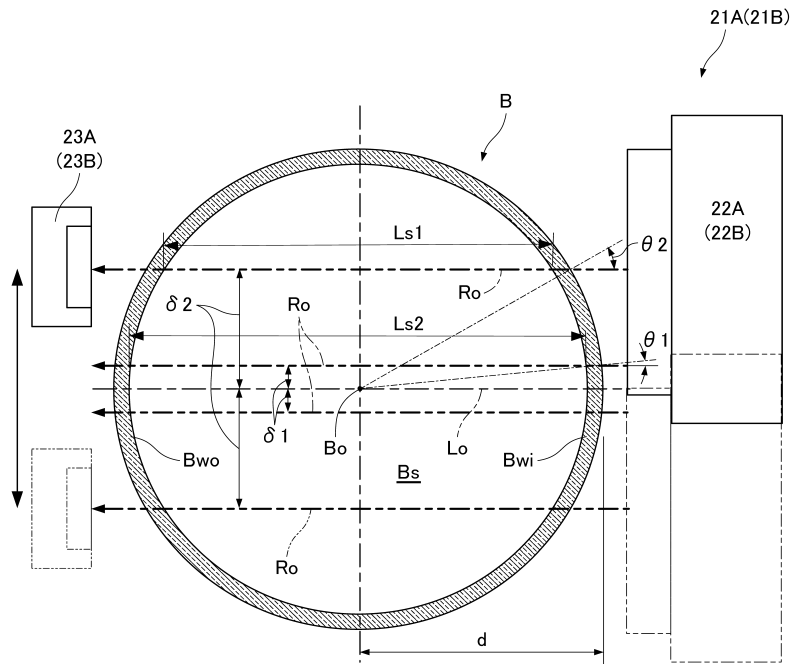
도면3b



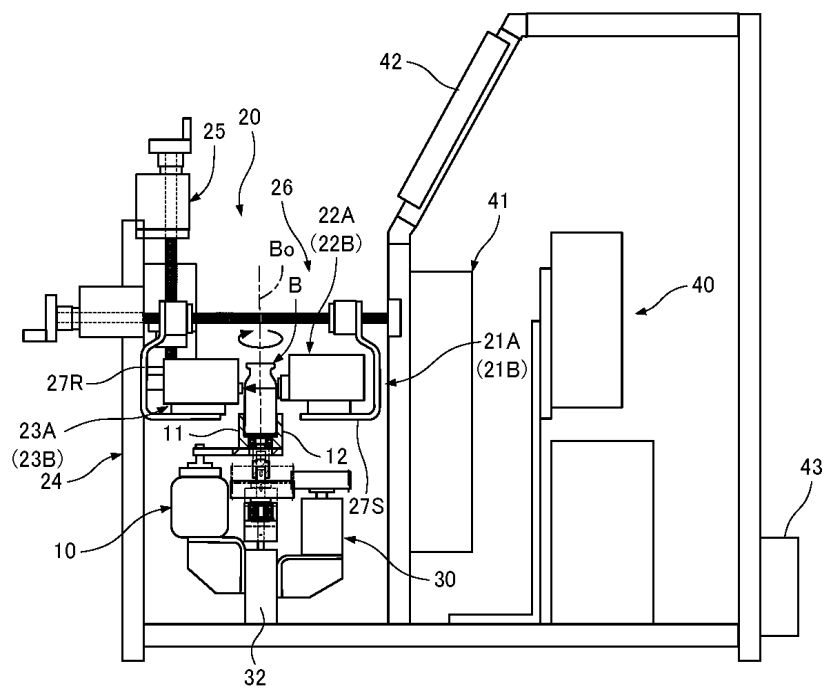
도면3c



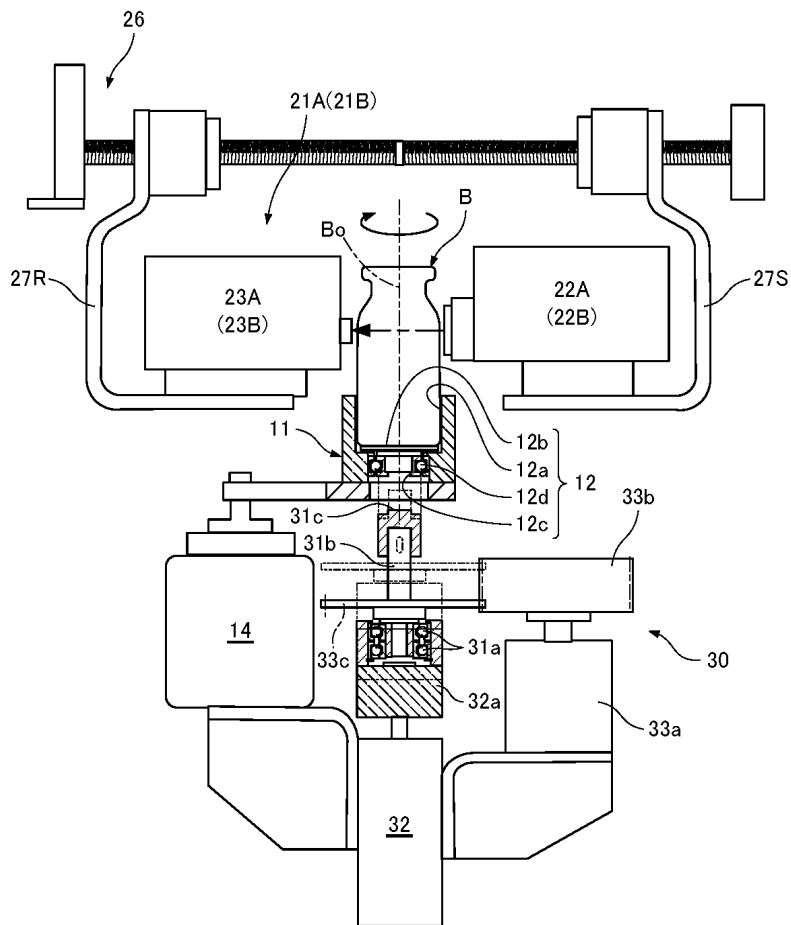
도면4



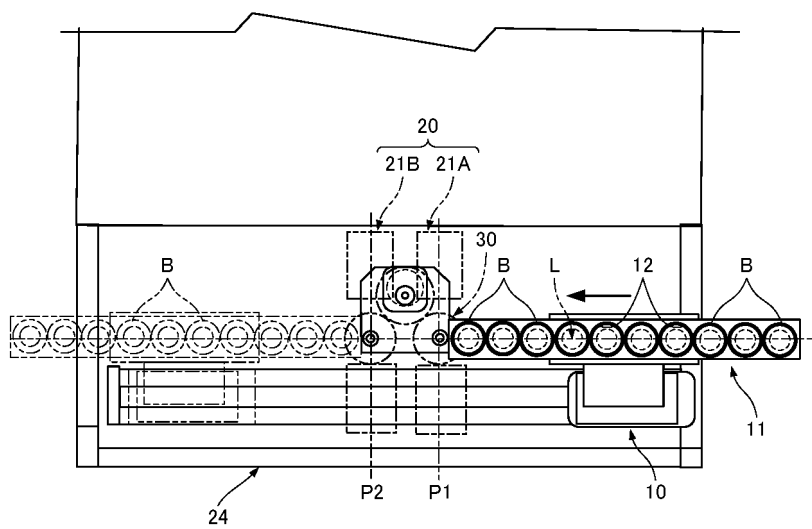
도면5



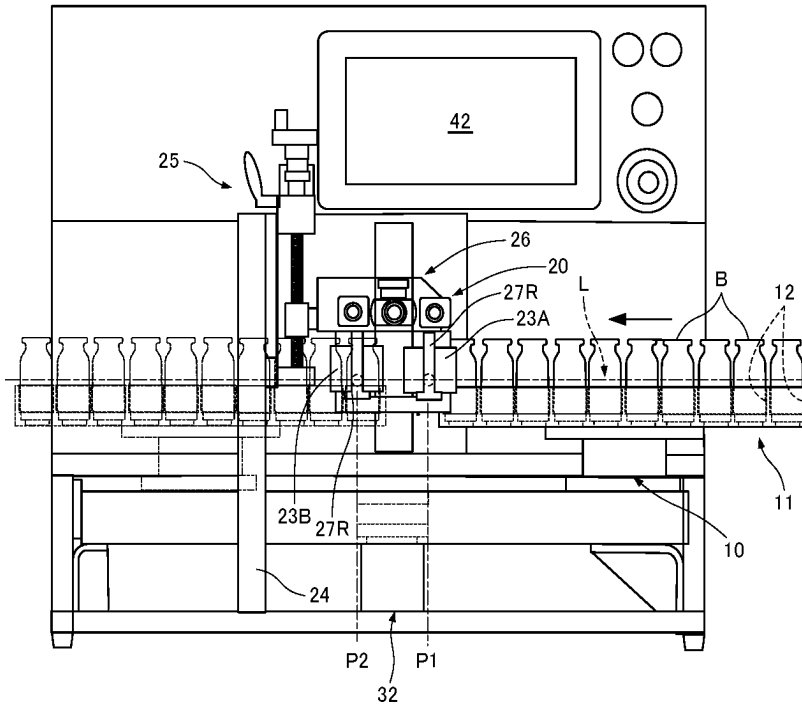
도면6



도면7

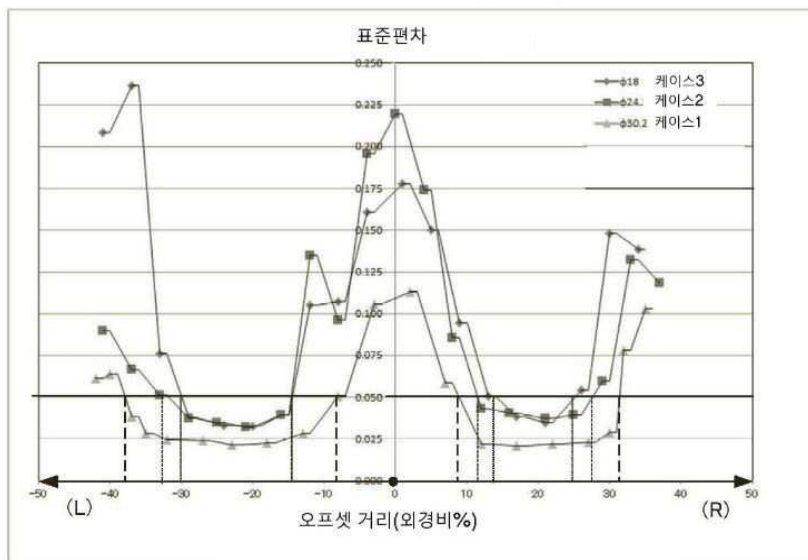


도면8

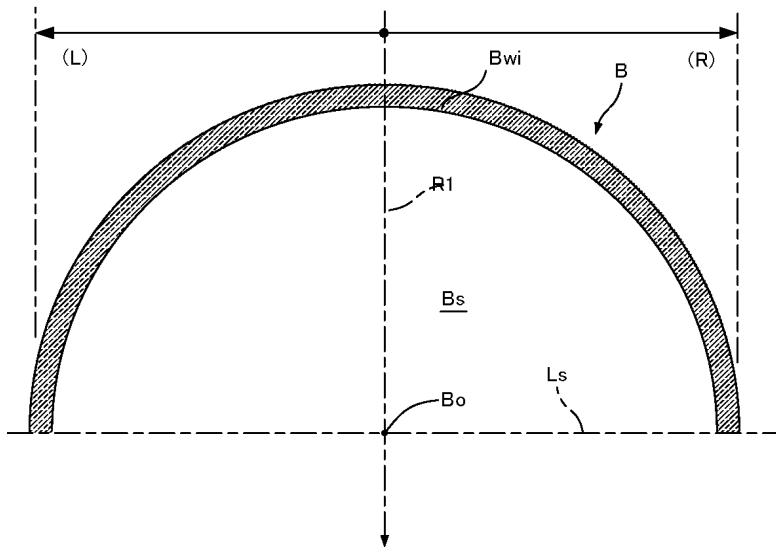


도면9a

산소농도가 0%일 때의 오프셋 거리(외경비)와 표준편차

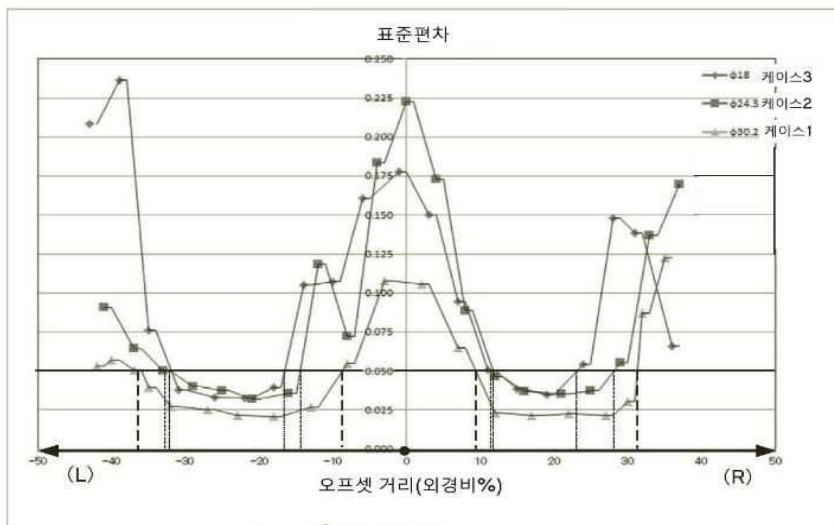


도면9b



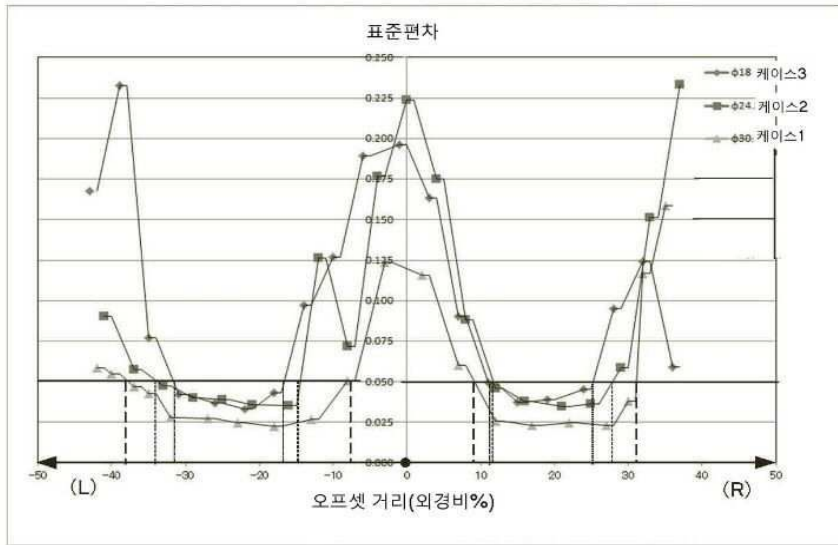
도면10

산소농도가 8%일 때의 오프셋 거리(외경비)와 표준편차

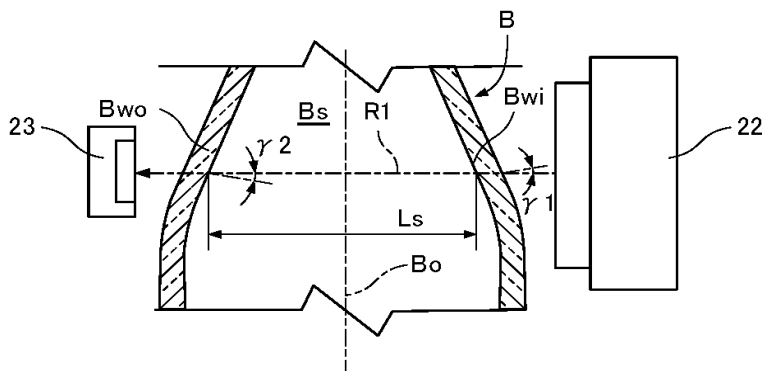


도면11

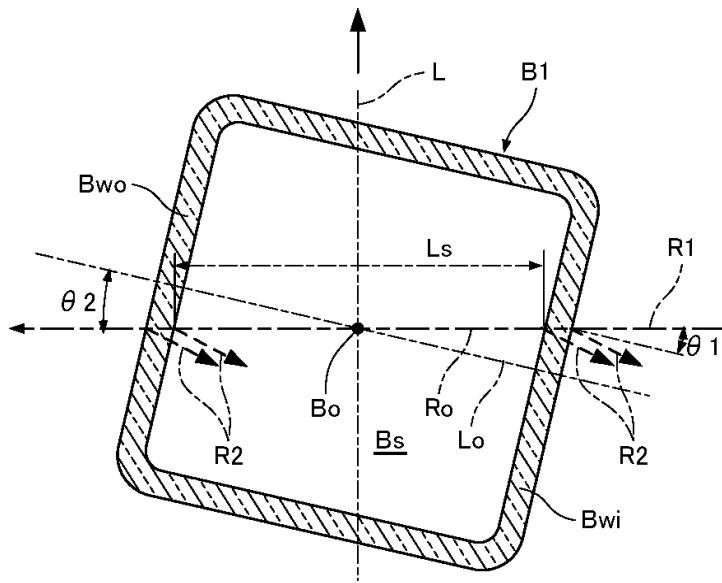
산소농도가 20%일 때의 오프셋 거리(외경비)와 표준편차



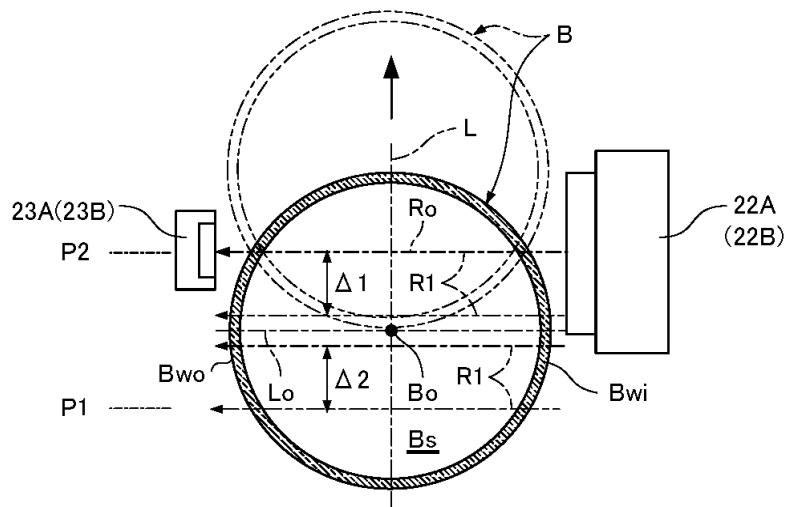
도면12



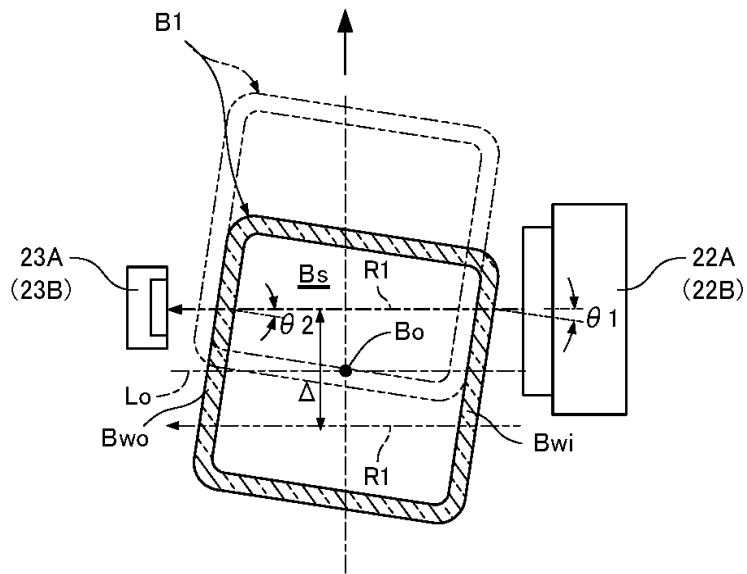
도면13



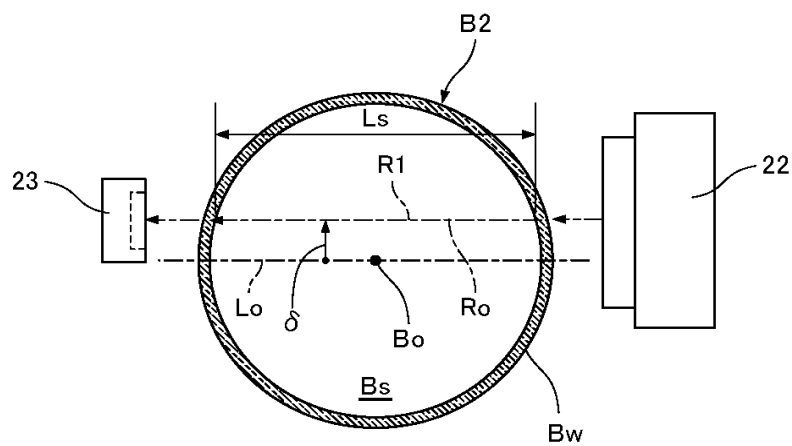
도면14



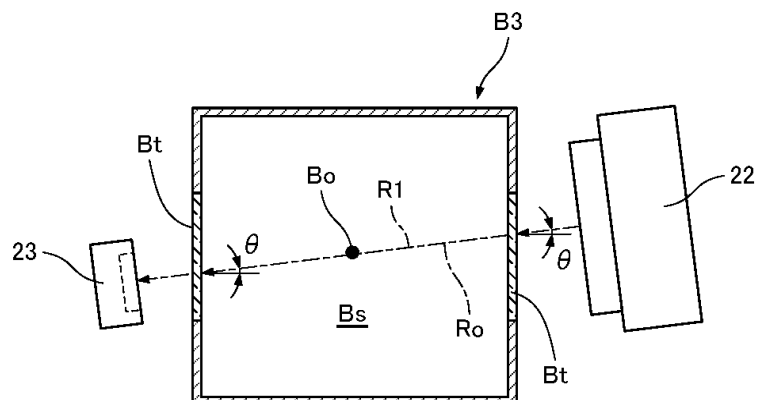
도면15



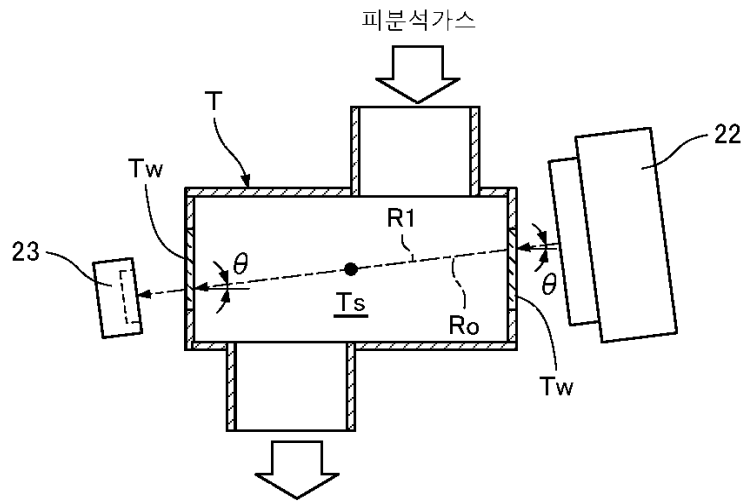
도면16a



도면16b



도면17a



도면17b

