



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl.
G01N 9/00 (2006.01)

(45) 공고일자 2007년08월16일
(11) 등록번호 10-0570552
(24) 등록일자 2006년04월06일

(21) 출원번호	10-1998-0705868	(65) 공개번호	10-1999-0082146
(22) 출원일자	1998년07월30일	(43) 공개일자	1999년11월15일
심사청구일자	2002년01월28일		
번역문 제출일자	1998년07월30일		
(86) 국제출원번호	PCT/US1997/000959	(87) 국제공개번호	WO 1997/28434
국제출원일자	1997년01월29일	국제공개일자	1997년08월07일

(81) 지정국

국내특허 : 아일랜드, 알바니아, 오스트레일리아, 보스니아 헤르체고비나, 바베이도스, 불가리아, 브라질, 캐나다, 중국, 쿠바, 체코, 에스토니아, 그루지야, 헝가리, 이스라엘, 아이슬란드, 일본,

AP ARIPO특허 : 케냐, 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 케냐,

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 핀란드, 프랑스, 영국, 그리스, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 오스트리아, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 핀란드, 영국,

(30) 우선권주장 08/593,834 1996년01월30일 미국(US)

(73) 특허권자

아리조나 인스트러먼트 코퍼레이션
미국 아리조나 85040-1941 피닉스 이스트 우드 스트리트 4114

(72) 발명자

레이사넨 웰프레드 알.
미국 아리조나 파라다이스 밸리 노스 웨일 런 로드 6136

(74) 대리인

박종혁
장용식
정진상

심사관 : 정호근

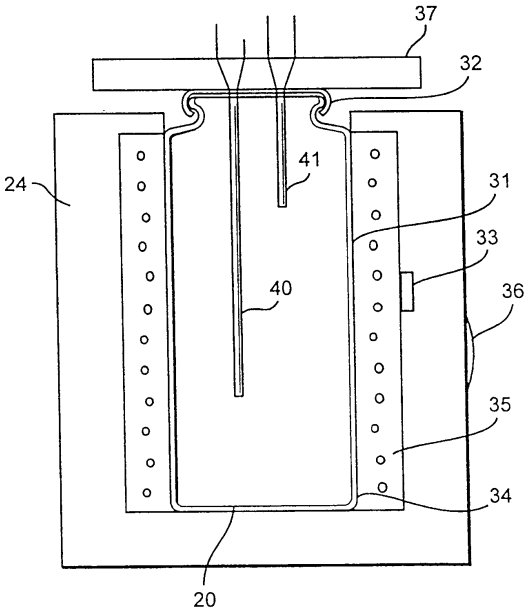
전체 청구항 수 : 총 34 항

(54) 수분분석기

(57) 요약

시험 샘플내의 휘발성 유체(20)의 실제량과 비례량을 측정하는 장치(24)가 설명되어 있다. 상기 시험 샘플은 수집된 후 밀폐된 컨테이너에 저장되어 시험동안에 밀폐된 컨테이너(31)에 유지된다. 대상 휘발성 유체는 시험 샘플로부터 방출되고, 캐리어 가스는 센서(41)를 지나 휘발성 유체를 운반한다. 상기 센서는 캐리어 가스내의 대상 휘발성 유체의 비례량을 측정한다. 캐리어 가스의 유량은 정확하게 알려져서 미리 측정되어 있다. 마이크로컴퓨터는 시험 샘플내의 휘발성 유체의 실제 비례량을 정확하게 예상하는데 사용된다.

대표도



특허청구의 범위

청구항 1.

시험 샘플내의 휘발성 유체의 양을 측정하는 분석기(1)로서, 상기 장치가:

상기 샘플을 포함하고 있는 컨테이너(20);

상기 샘플을 가열하여 상기 휘발성 유체를 상기 샘플로부터 방출시키는 수단(25);

상기 방출된 휘발성 유체를 상기 컨테이너로부터 운반해내기 위해 소정 유량으로 상기 컨테이너를 통해 캐리어 가스(10)를 운송시키는 수단(79);

상기 캐리어 가스내의 상기 휘발성 유체의 순간적인 상대량을 연속적으로 감지하는 센서(22); 및

상기 센서에 연결되어, 상기 시험 샘플내의 상기 휘발성 유체의 함유량을 측정하는 계산 수단(50)을 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 2.

제 1 항에 있어서,

상기 계산 수단(50)은, 상기 샘플로부터의 상기 휘발성 유체의 시간에 따른 운반률을 측정하여, 상기 휘발성 유체 함유량을 측정하는 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 3.

제 2 항에 있어서,

상기 계산 수단은 상기 시간에 따른 비율의 변화를 이용하여 상기 시험 샘플의 휘발성 유체 함유량의 예상 백분율을 계산하는 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 4.

제 2 항에 있어서,

상기 계산 수단은 상기 시험 샘플의 중량과 상기 시간에 따른 비율의 변화를 이용하여 상기 시험 샘플내의 상기 휘발성 유체의 예상 총 중량을 계산하는 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 5.

제 1 항에 있어서,

상기 휘발성 유체는 물인 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 6.

제 2 항에 있어서,

상기 휘발성 유체는 물인 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 7.

제 3 항에 있어서,

상기 휘발성 유체는 물인 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 8.

제 4 항에 있어서,

상기 휘발성 유체는 물인 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 9.

제 1 항에 있어서, 상기 컨테이너는:

상기 샘플을 저장하는 격벽병(20)을 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 10.

제 1 항에 있어서,

상기 가스 운반 수단(79)은 제 1 튜브(40)와 제 2 튜브(41)를 가진 제 1 대향유동 튜브식 어셈블리(37)를 포함하며, 상기 어셈블리는 상기 컨테이너에 삽입가능하고, 상기 제 1 튜브는 상기 가스를 상기 컨테이너로 인도하고, 상기 제 2 튜브는 상기 컨테이너로부터 상기 가스와 상기 휘발성 유체를 배출시키는 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 11.

제 10 항에 있어서,

상기 컨테이너와 상기 센서사이에 배치되어 있으며, 상기 컨테이너로부터 배출된 상기 가스로부터 상기 휘발성 유체이외의 휘발성 유체와 미립 물질을 여과시키는 필터(21)를 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 12.

제 11 항에 있어서,

상기 가스는 질소인 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 13.

제 10 항에 있어서,

상기 가스 운반 수단은 상기 컨테이너로의 상기 가스 유량을 측정하는 수단(14)을 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 14.

제 10 항에 있어서,

상기 가스 운반 수단은 상기 제 1 튜브의 상류에 배치된 제 1 유량 센서(14)와 상기 제 2 튜브의 하류에 배치된 제 2 유량 센서(23)를 포함하고 있으며, 상기 제 1 및 제 2 유량 센서 각각은 가스 유량을 나타내는 신호를 제공하고;

상기 계산 수단은 상기 제 1 및 제 2 유량 센서에 연결되어, 상기 제 1 및 제 2 유량이 소정의 관계를 가지고 있을 때 신호를 나타내는 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 15.

제 1 항에 있어서,

상기 계산 수단은 상기 샘플내에 함유된 상기 휘발성 유체의 절대량을 예측하는 수단을 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 분석기.

청구항 16.

물질내의 휘발성 유체 함유량을 측정하는 방법에 있어서,

컨테이너에 상기 물질의 시험 샘플을 배치하는 단계;

상기 샘플을 가열함으로써 상기 휘발성 유체를 방출하는 단계;

상기 방출된 휘발성 유체를 상기 컨테이너로부터 운반해내기 위해 상기 컨테이너를 통해 캐리어 가스를 소정의 유량으로 운송시키는 단계;

상기 캐리어 가스내의 상기 휘발성 유체의 순간적인 상대량을 연속적으로 감지하는 단계; 및

상기 연속적으로 감지된 상대량을 이용하여 상기 시험 샘플내의 상기 휘발성 유체 함유량을 계산하는 단계를 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 17.

제 16 항에 있어서,

상기 시험 샘플로부터 상기 휘발성 유체의 시간에 따른 운반률을 측정하여 상기 시험 샘플 내의 상기 휘발성 유체 함유량을 계산해내는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 18.

제 17 항에 있어서,

상기 휘발성 유체 함유량은 휘발성 유체 함유량의 예상 백분율로서 계산되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 19.

제 17 항에 있어서,

상기 시험 샘플의 중량을 측정하기 위해 상기 시험 샘플의 무게를 달고;

상기 중량 및 상기 시간에 따른 운반률으로부터 상기 시험 샘플내의 휘발성 유체 함유량을 계산하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 20.

제 16 항에 있어서,

상기 물질의 시험 샘플이 수집되어, 수집후 바로 상기 컨테이너에 배치되고;

상기 배치 단계 이후에 상기 컨테이너가 밀폐되어 밀폐된 상태로 계속 유지되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 21.

제 16 항에 있어서,

상기 휘발성 유체는 물인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 22.

시험중인 샘플을 저장하는 밀폐된 콘테이너;

상기 콘테이너를 가열하는 히터;

상기 콘테이너로부터 수분을 운반하는 캐리어 가스를 소정의 유량으로 상기 콘테이너를 통해 운송시키는 수단;

상기 캐리어 가스의 순간 상대 습도를 나타내는 신호를 발생시키는 상대 습도 센서; 및

상기 상대 습도 센서에 연결되어, 상기 샘플로부터의 수분 운반의 종료점을 자동적으로 계산하는 마이크로컴퓨터 수단을 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 수분 분석기.

청구항 23.

제 22 항에 있어서,

상기 마이크로컴퓨터 수단은 상기 샘플에 함유된 물의 양을 자동적으로 계산하는 것을 특징으로 하는 수분 분석기.

청구항 24.

제 22 항에 있어서,

상기 가스는 질소인 것을 특징으로 하는 수분 분석기.

청구항 25.

제 24 항에 있어서,

상기 콘테이너를 바이패스하는 수단; 및

소정량의 물을 상기 캐리어 가스내에 주입하는 수단;을 포함하고,

상기 마이크로컴퓨터 수단이 상기 캐리어 가스내의 물의 양을 측정하도록 동작하여 상기 시스템의 교정 정밀도를 측정하는 것을 특징으로 하는 수분 분석기.

청구항 26.

제 25 항에 있어서,

상기 마이크로컴퓨터 수단은 교정 이력을 저장하는 메모리 수단을 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 수분 분석기.

청구항 27.

제 26 항에 있어서,

상기 마이크로컴퓨터 수단은 상기 샘플내의 수분의 양을 계산하는 것을 특징으로 하는 수분 분석기.

청구항 28.

공지된 중량의 시험 샘플중의 대상 유체의 중량 퍼센트를 측정하는 방법에 있어서,

(a) 상기 시험 샘플을 밀폐된 컨테이너내에 유지하는 단계;

(b) 대상 휘발성 유체를 가스 상태로 변환시키도록 상기 컨테이너내의 시험 샘플을 가열하는 단계;

(c) 상기 컨테이너를 통해 운송 가스를 유입하여, 상기 컨테이너로부터 상기 가스 상태의 상기 휘발성 유체를 배출시키는 단계;

(d) 상기 컨테이너로부터 배출된 상기 운송 가스내에의 가스 상태 휘발성 유체의 순간적인 상대량을 연속적으로 감지하는 단계; 및

(e) 상기 연속적으로 감지된 상대량을 이용하여, 시험 샘플내의 대상 유체의 중량 퍼센트를 측정하는 단계를 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 29.

제 28 항에 있어서,

상기 가열 단계의 개시 이후 소정 시간동안 상기 컨테이너가 상기 운반 가스로 폐지되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 30.

제 28 항에 있어서,

최초에 상기 샘플이 수집되어, 수집 시점으로부터 시험 완료때까지 상기 밀봉된 컨테이너에 저장되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 31.

제 30 항에 있어서,

상기 컨테이너는 격벽병인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 32.

제 28 항에 있어서,

상기 대상 유체는 물인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 33.

제 28 항에 있어서,

상기 감지 단계에 앞서 상기 캐리어 가스를 여과하여, 간섭하는 휘발성 유체를 제거하는 단계를 더 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 34.

시험 샘플내의 휘발성 유체의 양을 측정하는 분석기에 있어서, 상기 장치는:

상기 샘플을 포함하는 컨테이너;

상기 휘발성 유체를 가열하여 상기 샘플로부터 상기 휘발성 유체를 방출하는 수단;

제 1 튜브와 제 2 튜브를 구비하고, 상기 컨테이너에 삽입가능하며, 상기 제 1 튜브는 소정 유량으로 상기 컨테이너에 상기 캐리어 가스를 인도하고, 상기 제 2 튜브는 상기 컨테이너로부터 상기 가스와 상기 휘발성 유체를 배출하도록 되어 있는 제 1 대향유동 튜브식 어셈블리;

상기 제 1 튜브의 상류에 배치된 제 1 유량 센서와 상기 제 2 튜브의 하류에 배치된 제 2 유량 센서로서, 가스 유량에 의해 표시되는 신호를 각각 제공하는 상기 제 1 및 제 2 유량 센서;

상기 캐리어 가스내의 상기 휘발성 유체의 순간적인 상대량을 연속적으로 감지하는 센서; 및

상기 센서에 연결되어 상기 시험 샘플내의 상기 휘발성 유체 함유량을 측정하며, 상기 제 1 및 제 2 유량 센서에 연결되어 상기 제 1 및 제 2 유량이 소정의 관계를 가질 때를 표시하는 신호를 제공하는 계산 수단을 포함하고 있는 것을 특징으로 하는 분석기.

명세서

기술분야

본 발명은 시험 샘플내의 휘발성 유체의 실제량과 비례량을 측정하는 장치에 관한 것이다.

배경기술

시험 샘플 물질내에 존재하는 휘발성 유체의 양을 측정하기 위해 여러 장치가 개발되었다. 본 발명의 양수인에게 양도된 미국 특허 4,838,705에 지적된 바와 같이, 이러한 측정은 다양한 법 또는 규칙의 요건에 부합시키는 것 뿐만 아니라 제조할 때의 품질 관리를 포함한 여러 이유에 있어서 중요하고 필요하다.

존재하는 휘발성 유체의 품질을 측정하는 종래 기술로 "건조감량법" 기술이 공지되어 있고, 이는 미국 특허 4,165,633에 기술되어 있다. 이 기술에서, 시험중인 샘플은 가열되어 휘발성 유체를 방출한다. 이 샘플은 시험전, 시험중, 시험후에 중량을 측정하여 이 샘플의 중량 변화를 구하게 된다. 초기 중량의 손실을 근거로 하여 백분율 측정을 예측하는데 여러 계산 기술이 사용된다.

화학적 분석 방법도 특정의 대상 휘발성 유체에 사용되는데, 예컨대 물은 "칼 피쳐 분석"으로서 공지된 프로세스를 통해 측정된다. 이러한 화학적 분석 방법은 유독할 수도 있는 시약의 사용에 의존하고 있다. 더욱이, 화학적 분석 방법은 대개 고도의 숙련된 기술자와 시간이 걸리는 분석을 필요로 한다.

4,838,705 특허에 기술된 프로세스에서, 시험 샘플내에 존재하는 휘발성 유체를 수집하고 중량을 측정하는 장치가 사용된다. 더 상세하게는, 시험 샘플은 밀폐된 챔버내에서 가열되어 휘발성 유체를 방출한다. 가스 형태의 유체가 대상 휘발성 유체에 민감한 수집기를 통과한다. 상기 수집기는 상기 유체가 수집됨에 따라 중량이 증가된다. 수집기를 지지하는 중량 센서는 장치의 작동동안 수집기의 초기 중량, 중간 중량, 최종 중량을 나타내는 데이터를 제공한다. 계산 회로 소자는 그 데이터에 관하여 여러 계산을 수행하고 시험 샘플내에 존재하는 휘발성 유체의 중량 퍼센트의 예상 측정치와 실제 측정치를 제공한다.

종래의 방법 또는 기술 각각은 시험 샘플내의 여러 휘발성 유체의 함유량을 측정하는데 사용될 수 있다. 가장 일반적인 대상 유체 중 하나는 물이다. 따라서, 본 발명의 예시적인 실시예는 수분 분석기에 관한 것이지만, 본 발명의 이론은 다른 휘발성 유체에도 적용할 수 있다.

수분 측정을 설명하는 다른 종래의 특허는 미국 특허 5,433,105; 5,343,735; 5,340,541; 5,187,972; 5,274,931; 5,253,512; 5,138,870; 4,787,052; 4,165,633호 이다.

종래의 기술이 가지는 하나의 문제점은 시험 샘플이 전형적으로 수집후 바로분석되지 않고 시간이 경과한 후에 분석된다는 것이다. 대개, 시험 샘플은 시험 및 분석까지 주위 대기조건에 노출된다. 이러한 사실은, 개방된 환경에서 대상 휘발성 유체는 예를 들어 방출되거나 흡수될 수 있기 때문에, 근본적으로 부정확한 측정을 야기한다.

발명의 개요

본 발명은 상대적으로 짧은 시간에 정량 시험 결과를 제공하고 시약의 사용을 필요로 하지 않는 휘발성 유체 분석기에 관한 것이다.

보다 상세하게는, 본 발명은 예측 기술을 이용하여, 짧은 시간에 샘플내의 대상 유체의 함유량을 자동적으로 측정한다.

본 발명의 바람직한 실시예에서, 수분 분석기는 샘플의 수분 함유량을 측정하는데 사용된다. 상기 샘플은 밀폐 용기(바람직한 실시예로서는 격벽병(septum bottle))에 저장된다. 대향유동(counterflow) 튜브 장치가 상기 격벽병에 관통 삽입된다. 상기 튜브 장치는 제 1 및 제 2 튜브를 포함하고 있다. 캐리어 가스는 상기 튜브 중 어느 하나를 통해 격벽병내에 유입되고 다른 튜브를 통해 배출된다. 샘플은 격벽병을 가열함으로써 가열된다. 시험중인 샘플이 가열됨에 따라, 시험중인 샘플내의 휘발성 유체(이 경우 수분)가 캐리어 가스로 방출된다. 상기 가스는 상대 습도 센서를 통과하여 방출된 대상 유체를 운반한다. 캐리어 가스의 상대 습도는 연속적으로 측정된다. 상기 캐리어 가스의 유량은 정확하게 알려진 소정의 용적 유량으로 조절된다.

수분 분석기는, 상대 습도 및 상대 습도의 변화율을 모니터하고, 가스 스트림의 상대 습도의 시간에 따른 변화를 모니터하여 샘플내의 실제 중량을 계산함으로써, 시험중인 샘플내의 물의 총 중량을 예측하여 측정한다.

본 발명에 따른 자동 수분 분석기는, 고온 측정과 칼 피쳐 전기량 분석을 이용하여 이미 시험된 플라스틱, 동결 건조된 약물류, 페인트와 도료 및 기타 물질을 포함하되 이에 한정되지는 않는 많은 물질내의 수분 함유량을 측정하는데 사용될 수 있다.

본 발명에 따르면, 비활성 가스가 상대 습도 센서에서 잔류 수분을 신속하게 퍼지(purge)하는데 사용된다. 그 다음, 상기 시스템은 자동 교정(校正, calibration) 모드로 작동하는데, 이 모드에서는 기지량(既知量) 또는 교정량의 수분이 캐리어 가스로 주입된다. 수분 함유량이 측정된다. 그 다음 측정치를 기지량과 비교하여, 그 비교 결과를 차후 시험 결과 계산에 사용한다. 추가로, 상기 시스템은 메모리에 교정 시험의 결과를 저장하여 교정 결과의 이력을 제공한다. 교정 후, 상기 시스템은 다시 잔류 수분을 제거하도록 퍼지된다.

샘플을 시험할 때, 분석될 수집 샘플은 밀폐 컨테이너에 저장된다. 컨테이너(예시적인 실시예로서는 격벽병)는 히터내에 배치되고, 대향유동 튜브 장치가 컨테이너로 삽입된다. 컨테이너 내의 고 유량의 캐리어 가스 퍼지는 어느 하나의 튜브를 통해 컨테이너로 캐리어 가스를 유입하고 다른 하나의 튜브를 통해 배출함으로써 일어난다. 이 상부 공간 퍼지는 샘플이 수분을 방출하기에 충분한 온도로 가열된 후 일어난다. 상기 컨테이너를 퍼지한 후, 캐리어 가스의 유량은 정확하게 알려진 유량으로 감소된다. 상대 습도 센서는 캐리어 가스내의 상대 습도를 동적이며 연속적으로 판독한다. 시험중인 샘플로부터 방출된 수분의 양은 유량과 상대 습도 판독치로부터 계산된다. 총 수분 함유량은 상대 습도의 시간에 따른 변화를 특성화함으로써 예측될 수 있다.

발명의 상세한 설명

예시적인 수분 분석기(1)가 도 1에 도시되어 있다. 시험 샘플은 수집되어 바로 격벽병(20)에 저장되고, 시험 샘플은 수집 후 및 시험중 내내 격벽병(20)에 저장된다. 보통, 분석기는 시험 샘플내에 존재하는 대상 휘발성 유체 또는 물을 격벽병을 통과하여 흐르는 비활성 캐리어 가스에 방출시킨다. 이 가스의 유량은 조심스럽게 제어된다. 이 캐리어 가스는 상대 습도 센서(22)를 통과하여 흐르는데, 이 센서가 가스 스트림내의 휘발성 유체의 상대적인 양을 연속적으로 표시한다. 습도 센서(22)는 상업적으로 이용가능한 커패시턴스형 상대 습도 센서이다. 도 3의 종래의 마이크로콘트롤러 또는 계산회로(50)는 소정 유량의 상대 습도 측정치를 샘플로부터 방출된 물의 절대 중량 측정치로 동적으로 전환시킨다. 상대 습도 변화물을 감지함으로써, 마이크로콘트롤러는 샘플의 전체 수분 함유량을 예측할 수 있다. 시험 샘플을 증발 가열하기 전에 시험 샘플의 중량을 측정함으로써, 수분 분석기는 시험된 샘플의 중량 퍼센트로서 수분의 측정치를 직접 제공할 수 있다.

수분 분석기 시스템(1)의 예시적인 실시예에서, 건조 질소 공급장치(10)가 상기 시스템(1)에 연결되어 있다. 비록 예시적인 수분 분석기(1)에 질소가 이용되고 있지만, 시험중인 샘플내의 대상 휘발성 유체에 대하여는 비활성인 어떠한 가스도 이용가능하다. 이 건조 질소는 상업적으로 이용가능한 50 마이크론의 필터(11)를 통과하여, 압력 조절기(12)로 유입된다. 압력 조절기(12)는 상업적으로 이용가능한 것으로, 소정 레벨의, 전형적으로는 4 psi의 압력을 유지한다. 압력 조절기(12)에 2 개의 교대식 유량 통로가 제공되어 2 개의 상이한 레벨의 유동이 형성된다. 제 1 통로에서, 유량 조절기 또는 제한기(13)는 소정의 제 1 레벨로 유량을 유지한다. 4 psi의 입력 압력에 대하여, 유량 조절기 또는 제한기(13)는 190 cc/min의 유량을 제공한다. 제 2 통로에서, 유량 조절기 또는 제한기(15)는 상당히 높은 소정의 유량을 제공한다. 전형적으로, 유량 조절기 또는 제한기(15)를 통과하는 유량은 약 1 liter/min이다. 유량 조절기 또는 제한기(13,15) 각각은 정확히 고정된 유량을 제공하는 상업적으로 이용가능한 유량 조절기이다. 유량 조절기(13,15) 모두 솔레노이드 밸브(16)에 연결되어 있다. 유량 센서(14)는 유량 조절기(13)와 솔레노이드 밸브(16)사이에 배치되어 있다.

솔레노이드 밸브(16)는 시스템을 통과하는 질소의 2 가지 유량 중 어느 한쪽을 선택하는데 이용된다. 밸브(16)는, 유량 조절기(13)로부터의 상기 시스템을 통과하는 작동 유량 또는 유량 조절기(15)로부터의 보다 높은 퍼지 유량을 제공한다.

솔레노이드 밸브(16)는 유량 센서(14)를 통해 저 유량 조절기(13)에 연결되는 제 1 입구 포트(16a)를 가지고 있다. 밸브(16)는 고 유량 조절기(15)에 연결되는 제 2 입구 포트(16b)를 가지고 있다. 솔레노이드 밸브(16)는 단일 출구 포트(16c)를 포함하고 있다. 솔레노이드 밸브(16)는 통상의 경우 오프되며, 이 밸브(16)를 통과하는 유동은 포트(16a)가 포트(16c)에 연결되고 포트(16b)가 통상 닫혀있도록 하는 유동이 된다. 솔레노이드 밸브(16)에 전압이 인가될 때, 포트(16b)는 포트(16c)에 연결되고, 포트(16a)는 닫힌다. 솔레노이드 밸브(16)의 출구 포트(16c)는 격벽병의 바이패스 솔레노이드 밸브(17)에 연결되어 있다.

밸브(17)는 단일 입구(17a)를 가지고 있고, 두 개의 출구(17b, 17c)중 어느 한쪽을 선택한다. 솔레노이드 밸브(17)는 입구 포트(17a)를 가지고 있는데, 이 입구 포트는 솔레노이드 밸브(17)가 그 솔레노이드 밸브에 전압이 인가되지 않은 제 1 전압 인가 상태에 있을 때 출구 포트(17e)에 연결된다. 입구 포트(17a)는 솔레노이드 밸브(17)가 솔레노이드 밸브에 전압이 인가되는 제 2 전압 인가 상태에 있을 때 출구 포트(17b)에 연결된다. 밸브(17)의 출구 포트(17b)는 이하에 상세히 설명될 대향유동 튜브 장치를 통해 격벽병(20)에 연결되어 있다. 상기 대향유동 튜브 장치는 필터(21)에 연결되는 격벽병(20)으로부터 센서 바이패스 솔레노이드 밸브(18)의 입구 포트(18a)로의 배출 유동 통로를 제공한다. 솔레노이드 밸브(18)는 두 개의 선택가능한 출구(18b,18c)를 가지고 있다. 솔레노이드 밸브(18)가 전압이 인가되지 않은 제 1 전압 인가 상태에 있을 때, 입구(18a)는 배기관(30)에 연결된 출구 포트(18c)에 연결된다. 솔레노이드 밸브(18)가 전압이 인가된 제 2 전압 인가 상태에 있을 때, 입구 포트(18a)는 출구 포트(18b)에 연결된다. 솔레노이드 밸브(18)의 출구 포트(18b)와 솔레노이드 밸브(17)의 출구 포트(17c)는 상대 습도 센서(22)의 입구에 모두 연결되어 있다. 상대 습도 센서(22)의 출력부는 유량 센서(23)를 통해 배기관(30)에 연결되어 있다.

솔레노이드 밸브(19)는 자동 교정 기능 또는 자동 교정 모드로 분석기를 선택적으로 동작시키도록 제공된다. 밸브(19)는 통상의 경우 전압이 인가되지 않는데, 이 상태에서, 입구 포트(19a)는 출구 포트(19c)에 연결되고, 출구 포트(19b)는 닫힌다. 솔레노이드 밸브(19)에 전압이 인가될 때, 입구 포트(19a)는 출구 포트(19b)에 연결되고, 출구 포트(19c)는 닫힌다. 솔레노이드 밸브(19)에 전압이 인가된 상태에서, 입구 포트(19a)로부터 상대 습도 센서(22)에 연결되는 출구를 가지는 물 분사기(26)를 통하게 되는 유동 통로가 형성된다.

밸브(16,17,18,19)는 여러 입구와 출구를 가지고 있는데, 이는 다기관 어셈블리(79)에 의해, 도면에 도시된 연결방식에 따라 직접 연결되어 있다. 다기관 어셈블리(79)를 이용함으로써, 히터(25)가 도 1에 개략적으로 도시된 다기관(79) 주위에 형성될 수 있으므로, 그 결과 질소 가스 스트림이 가열된다.

격벽병(20)은 히터 어셈블리(24)에 배치되어, 샘플이 대상 휘발성 유체 또는 수분을 방출하도록 가열될 수 있다. 히터(24)의 온도는 전형적으로 25℃에서 225℃까지의 설정된 소정 온도로 제어된다. 상기 가스의 상대 습도의 실시간 분석에 의해 시험 종료점에 도달되었음이 결정될 때 시험은 자동적으로 종료된다.

수분 분석기는 5 가지 동작 모드: 즉, "시스템 건조", "유지 건조", "시스템 교정", "격벽병 퍼지", 및 "샘플 시험" 모드로 동작될 수 있다. 이 모드 각각에서의 시스템의 동작이 이하에서 기술된다.

"시스템 건조" 모드에서는, 고 유량의 건조 질소가 상기 시스템을 흐르고, 상기 시스템에서 잔류 휘발성 유체, 예컨대 수분을 제거하고, 특히 상대 습도 센서(22)를 건조한다. 이 모드에서, 솔레노이드 밸브(16)는 입구 포트(16b)가 출구 포트(16c)에 연결되도록 전압이 인가되고; 솔레노이드 밸브(17,18,19)는, 입구 포트(17a)가 출구 포트(17c)에 연결되고 입구 포트(19a)가 출구 포트(19c)에 연결되어 격벽병(20)을 바이패스하도록, 전압 인가가 해제된다. 이러한 밸브 구성에 의해, 건조 질소는 공급원(10)으로부터 필터(11), 압력 조절기(12), 고 유량 억제기 또는 조절기(15), 밸브(16), 밸브(17), 밸브(19)를 통해 상대 습도 센서(22)로, 그리고 유량 센서(23)를 통해 배출구(30)로 흐른다. 입구 포트(18a)가 출구 포트(18c)에 연결되고 포트(18b)가 닫혀있는 밸브(18)는 바이패스된다. 이 유량 통로에 의해, 질소 공급원(10)으로부터의 건조 질소 가스는 1 liter/sec의 유량으로 흘러, 상기 시스템을 건조하여, 시험 샘플을 분석하기 전에 수분을 확실하게 제거한다. 이 유동 구조에서, 밸브(17,18,19)는 격벽병(20)을 통과하는 유동이 없도록 구성되어 있다.

다음에, 상기 시스템은 구성요소를 수분이 없이 유지하는 "유지 건조" 모드로 구성되어 있다. 이 모드에서, 밸브(17,18,19)는 "건조" 모드에서와 동일하게 전압 인가가 해제된다. 그러나, 여기서, 밸브(16)는 입구 포트(16a)와 출구 포트(16c)사이에서 연결이 이루어지도록 전압 인가가 해제된다. 입구 포트(16b)는 이 모드에서 닫혀, 고 유량 조절기(15)로부터의 유동을 차단한다. 이 구조로, 건조 질소는 공급원(10)으로부터 필터(11), 조절기(12), 저 유량 억제기 또는 조절기(13), 유량 센서(14), 밸브(16), 밸브(17), 밸브(19)를 통해 출구(19c)로, 그리고 상대 습도 센서(22)와 유량 센서(23)를 통해 배출구(30)로 흐른다. 이 모드에서, 상기 시스템을 통과하는 유량은 190 cc/min이다. 이 모드는 상대 습도 센서(22)를 처음에 건조된 후에 건조 상태로 유지하도록 이용된다.

상기 시스템은 주기적으로 "자동 교정" 모드로 동작된다. 이 모드에서, 정확한 수분량이 수분 분사기(26)에 의해 상기 시스템으로 분사되고, 센서(22)에서 응답을 측정한다. "자동 교정" 모드에서, 밸브(16,17,18)는 상기 "유지 건조" 모드에서와 동일하게 전압 인가 상태에 있다. 자동 교정 솔레노이드 밸브(19)에 전압이 인가된다. 솔레노이드 밸브(19)에 전압이 인가된 상태에서, 입구(19a)는 출구(19b)에 연결되고, 출구(19c)는 닫힌다. 정확한 양의 물을 질소 가스 유동 내로 분사하는 물 분사기(26)에 대한 유동 통로가 형성된다. 그 다음 센서(22)는 상기 시스템에 분사된 물의 양을 측정하는데 사용된다.

분사된 물의 양은 매우 정확하게 알려진다. 측정된 수분의 양과 분사기(26)에 의해 분사된 기지량 사이의 차를 이용하여 센서(22)로부터의 판독값 분석의 교정을 조절한다. 교정 결과의 이력은 메모리에 저장된다.

상기 시스템이 교정된 후에, 시스템은 상기한 바와 같이 "건조" 모드에서 동작함으로써 다시 건조된다.

상기 시스템이 건조, 교정, 재 건조된 후에, 시험중인 샘플을 저장하고 있는 격벽병(20)이 병 히터(24)에 삽입될 수 있다. 열적 지연으로 인해 히터(24)의 온도까지 격벽병(20)의 온도가 올라가는 데에는 몇 초가 걸린다. 이러한 열적 지연의 시간 동안에, 고 유량의 질소가 격벽병(20)을 통과하여, 격벽병(20)내의 상부 공간을 퍼지한다. 격벽병(20)을 통과하는 퍼지 유량 통로를 형성하기 위해, 밸브(16,17)에 전압이 인가되고, 밸브(18,19)는 전압 인가가 해제된다. 이러한 구조에서, 질소는 공급원(10)으로부터 필터(11), 조절기(12), 고유량 조절기(15), 밸브(16), 밸브(17), 격벽병(20), 필터(21), 밸브(18), 및 출구 포트(18c)를 통해 배기관(30)으로 흐른다. 고 유량에서 대략 9초가 경과하면, 격벽병(20)은 퍼지되고, 격벽병(20)의 열적 지연으로 인해 시험중인 샘플내에 포함된 수분을 배출하기에 충분할 정도로 샘플이 가열되고 있지는 않다.

그 다음에 상기 시스템은 "샘플 시험" 모드로 진입한다. 이 모드에서, 밸브(16)는 전압 인가가 해제되고, 밸브(17,18)는 전압이 인가된다. 건조 질소 가스는 공급원(10)으로부터 필터(11), 조절기(12), 저 유량 조절기(13), 유량 센서(14), 밸브(16)를 통하여 출구(16c)로, 밸브(17)를 통하여 출구(17b)로, 격벽병(20), 필터(21), 밸브(18), 상대 습도 센서(22), 및 유량 센

서(23)를 통해 배기관(30)으로 흐른다. 이러한 동작 모드는, 분석 회로가 수분 측정의 종료점이 예측될 수 있음을 지시하는 시간까지 유지된다. 이러한 모드동안에, 샘플은 히터(24)에 의해 가열되고, 샘플내의 대상 휘발성 유체가 방출되어 센서(22)를 통과하는 질소 유동에 의해 운반된다.

유량 센서(14,23)는 누설을 감지하도록 캐리어 가스 유동 통로에 제공된다. 유량 센서(14,23)에서 측정되는 유량은 어떠한 시점에도 동일하다. 측정된 유량에 불일치가 있는 경우에, 누설이 검출된다.

격벽병(20)과 상대 습도 센서(23)사이에, 교체 가능한 필터(21)가 제공된다. 필터(21)는 대상 휘발성 유체 이외의 배출 가스로부터의 휘발성 유체를 여과하는데 사용되는 상업적으로 이용가능한 제품이다. 필터(21)는, 대상 휘발성 유체이외의 휘발성 물질로부터 기인하는 측정 결과에 있어서의 간섭을 줄이는 것을 목적으로 하고 있다. 방출된 수분의 수집에 의존하는 종래의 수분 분석기의 경우, 일부 물질에 대한 정확한 결과를 얻는 것은 특히 어렵다. 특히 나일론은 물 이외의 상당한 양의 휘발성 물질을 포함하고 있는데, 이는 수집기상에 응축되어 잘못된 높은 판독값을 발생시킨다. 본 발명의 장치의 경우, 휘발성 물질을 수집하는 것이 아니라, 캐리어 가스내의 대상 휘발성 유체의 상대적인 함유량을 연속적으로 측정함으로써 더 일관되게 정확한 결과를 얻게 된다. 필터(21)의 사용은 대상 휘발성 유체, 예를 들면 물, 이외의 휘발성 물질을 수집하고 여과시켜서, 측정에 있어서 간섭의 가능성을 제거한다. 여기서 도 2를 보면, 수분 분석기에 사용된 격벽병(20) 또는 콘테이너는 몇 개의 제조원으로부터 상업적으로 이용가능한 글라스 격벽 밀폐 유리병인 것으로 도시되어 있다. 격벽병(20)은 유리병(31)과 격벽 밀폐 구조물(32)을 포함하고 있다.

병 히터(24)는 격벽병(20)을 가열하여 대상 유체를 방출하도록 제공되어 있다. 히터(24)는 가열을 신속하게 제어하도록 설계되어 있다. 히터(24)는 개구(34)를 가지고 있는데, 이 내부에 격벽병(20)이 배치되어 있다. 열전달을 향상시키기 위해 유리병(32)이 꼭 맞물리도록 개구(34)의 치수가 선택된다. 히터(24)는 격벽병(20)의 상단부를 제외하고 격벽병(20)을 실질적으로 완전히 둘러싸고 있다. 히터(24)는 오일(35)내에 잠겨 있는 저항 히터 소자(38)를 포함하고 있다. 절연 콘테이너(36)는 히터(24)내에 열을 보유하도록 제공된다. 온도 센서(33)는 전력 인가를 제어하는데 사용되는 신호를 히터(24)에 제공한다.

히터(24)용 커버(37)는 도시된 본 실시예에서 두 개의 튜브 또는 피하 주사용 바늘(40,41)을 포함하는 대향유동 튜브 장치를 가지고 있다. 상기 튜브 또는 피하 주사용 바늘(40,41) 각각은 보통 상업적으로 이용가능한 표준의 피하 주사용 바늘이다. 또는 동축으로 배열된 두 개의 튜브를 이용하는 대향유동 튜브 장치가 상업적으로 이용가능하고 사용할 수도 있다.

상기 수분 분석기(1)를 이용할 때, 분석될 샘플은 유리병(31)내에 배치되고, 격벽 뚜껑(32)은 유리병(31)위에 배치된다. 격벽병 어셈블리(20)는 히터(24)내에 배치되어 있다. 커버(37)는 격벽 실(32)위로 이동된다. 두 개의 튜브 또는 피하 주사용 바늘(40,41)은 격벽 실(32)을 관통한다.

여기서 도 3을 보면, 예시적인 수분 분석기용 제어 시스템이 개략적인 블록도로 도시되어 있다. 프로세스 콘트롤러(50)는 수분 분석기의 제어 동작을 제어하는데 사용된다. 콘트롤러(50)는 마이크로콘트롤러(51)를 포함하고 있다. 메모리(53)는 버스(52)를 통해 마이크로콘트롤러(51)에 연결되어 있다. 메모리(53)는 EPROM, EEPROM, 및 SRAM 형 메모리를 포함하고 있다. 수분 분석기용 동작 프로그램은 EPROM에 저장되어 있고, 시험동안의 동작 변수는 SRAM에 저장되어 있고, 수분 분석기 시스템내의 여러 센서 각각에 대한 센서 특성화 상수는 EEPROM에 저장되어 있다. 상대 습도 센서(22)의 교정 이력은 메모리(53)의 SRAM 부분에 저장될 수 있다.

주변 제어 논리 회로(54)는 마이크로콘트롤러(51)를 디스플레이(55)와 키보드(56)에 인터페이스한다. 디스플레이(55)와 키보드(56)는 사람이 시스템에 인터페이스하여 시험을 개시하고 격벽병(20)의 중량과 같은 시험의 특정 데이터를 입력하고, 여러 시험 메시지와 관련 정보뿐만 아니라 시험 결과의 디스플레이하도록 한다. 버스(52)에 연결된 아날로그-디지털 인터페이스(A/D) 회로(57)는 유량 센서(14,23)와 상대 습도 센서(22)에 연결되어 있다. A/D 회로(57)를 통해, 마이크로콘트롤러(51)는 센서(14,23)에 의해 생성된 전기 신호를 모니터하고, 마이크로콘트롤러(51)에서 이러한 신호를 상대 습도 센서(22)에서의 가스 유량내의 상대적인 습도 및 센서(14,23)에서의 가스 유량의 순간 판독값으로 해석한다. 또한, A/D 회로(57)는 히터(24)의 온도를 모니터하는데 사용되는 온도 센서(33)와 다기관 히터(25)의 온도를 모니터하는데 사용되는 온도 센서(25a)에 연결되어 있다. A/D 회로(57)는 또한 자동 교정 물 분사기(26)에 연결되어 물 분사기(26)용 물공급원을 모니터한다.

콘트롤러(50)는 버스(52)를 통해 마이크로콘트롤러(51)에 연결되는 주변 제어 회로(58)를 또한 포함하고 있다. 주변 제어 회로(58)는 전원(75)으로부터 자동 교정 회로뿐만 아니라 솔레노이드 밸브(16,17,18) 각각으로의 DC 전력의 인가를 제어하는데 사용된다. 주변 제어 회로(58)는 A/C 전원(76)으로부터 병 히터(24) 및 다기관 히터(25)로의 AC 전력의 인가를 또한 제어한다.

상기 시스템이 시험 샘플로 동작하고 있는 동안에, 콘트롤러(50)는 상대 습도 센서(22)의 출력을 연속적으로 모니터한다. 격벽병(20)을 통과하는 질소 가스의 유량은 유량 센서(14)의 사용에 의해 정확하게 알고 있기 때문에, 센서(22)에 의해 측정된 상대 습도는 시험중인 샘플로부터의 물 운반량의 시간에 따른 비율로 전환될 수 있다. 시험중인 샘플로부터의 수분 배출율은 지수 함수적으로 감소하는 곡선을 나타내는 방정식에 의해 특징화될 수 있다. 추가로, 상기 곡선은 샘플내의 수분의 총량을 나타내는 레벨쪽으로 점근적으로 수렴될 것이다. 따라서, 상대 습도가 제로로 감소됨에 따라, 시험중인 샘플내의 수분 함유량은 제로에 또한 근접할 것이다. 측정된 데이터에서 유도되는 곡선의 기울기를 계산함으로써, 콘트롤러(50)는 시험중인 샘플에 포함된 수분의 총량을 나타내는 곡선에 대한 종료점을 예측한다. 따라서, 예측 알고리즘이 유도될 수 있고, 이로부터 시험중인 샘플의 총 수분 함유량이 계산될 수 있다. 시험하기 전에 샘플의 중량을 측정하여 그 샘플 중량을 콘트롤러(50)에 입력함으로써, 콘트롤러(50)는 시험중인 샘플에 대한 수분 함유량의 백분율을 직접 측정한다. 선택적으로, 상기 시스템은 시험중인 샘플에 함유된 수분의 예상 총 중량을 제공할 수 있다.

상기 시스템 동작의 여러 모드가 상기 시스템의 동작으로 설명되었다. 콘트롤러(50)는 메모리에 저장된 프로그램에 의해 프로그램화되고, 특정 모드를 자동적으로 실행한다. 예를 들어, 콘트롤러(50)는 매일 최초에 "시스템 건조" 모드로 동작할 수 있다. 그 다음에, 시험 측정되기 전에, 콘트롤러(50)는 "시스템 교정" 모드로 상기 시스템을 동작하도록 자동 교정 프로그램을 실행할 수 있다. 교정의 완료와 동시에, 콘트롤러(50)는 "시스템 건조" 모드로 다시 들어가고, 이를 "유지 건조" 모드가 후속하게 된다. 격벽병(20)이 분석기내에 배치되면, 콘트롤러(50)는 "격벽병 퍼지" 모드를 최초에 실행할 수 있고, 그 다음 바로 "샘플 시험" 모드로 들어간다. 시험 완료와 동시에, 콘트롤러(50)는 다음 시험이 작동될 때까지 지속할 수 있는 "샘플 건조"모드에 다시 들어가고, 이를 "유지 건조" 모드가 후속한다.

본 발명의 사상과 범위를 벗어남이 없이, 도시되고 설명된 예시적인 실시예에서 여러 수정이 행해질 수 있다는 것은 당업자에게 자명하다 본 발명은 첨부한 청구항만에 의해 한정된다.

도면의 간단한 설명

본 발명은 여러 형태의 동일한 요소가 동일 참조 부호로서 표시된 도면과 관련하여 아래의 다음 상세한 설명으로부터 보다 잘 이해될 것이다.

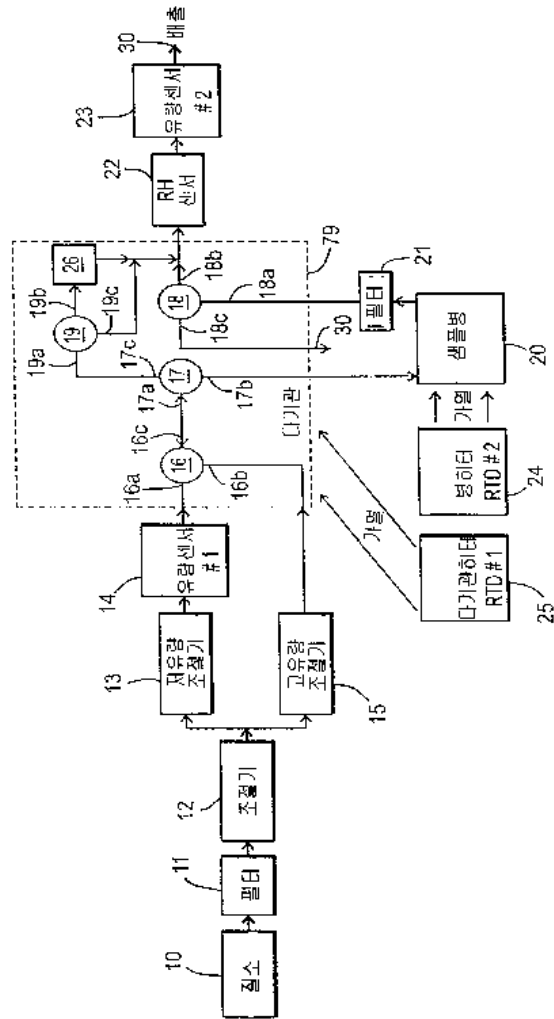
도 1 는 본 발명의 이론에 따른 시스템의 기계적인 개략도;

도 2 는 도 1의 시스템의 프로브, 샘플 컨테이너, 및 히터부의 부분 단면도;

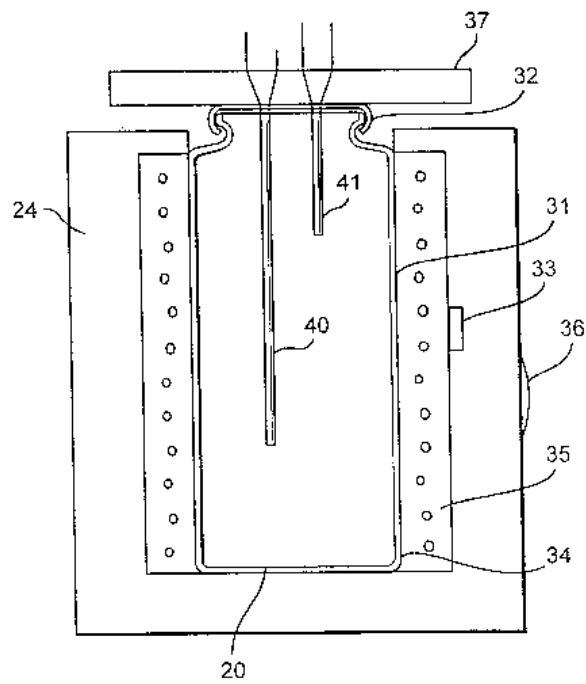
도 3 은 도 1의 시스템과 함께 이용된 전자 제어 장치의 개략도이다.

도면

도면1



도면2



도면3

