



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년06월01일

(11) 등록번호 10-1524896

(24) 등록일자 2015년05월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

G01N 15/02 (2006.01) G01N 15/10 (2006.01)

G01N 15/12 (2006.01) G01N 15/14 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-7019735

(22) 출원일자(국제) 2009년02월04일

심사청구일자 2014년02월04일

(85) 번역문제출일자 2010년09월03일

(65) 공개번호 10-2011-0014557

(43) 공개일자 2011년02월11일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2009/051234

(87) 국제공개번호 WO 2009/098215

국제공개일자 2009년08월13일

(30) 우선권주장

61/026,592 2008년02월06일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

JP2005214931 A

JP2005156256 A

(73) 특허권자

바스프 에스이

독일 데-67056 루트빅샤펜

리전츠 오브 더 유니버시티 오브 미네소타

미국 55114-8658 미네소타주 세인트 폴 슈트 160

웨스트게이트 드라이브 1000

(72) 발명자

메르틀러, 미카엘

독일 67251 프라인스하임 부르크스트라쎄 33아

사히베, 베른드

독일 67149 맥켄하임 그로쓰가쎄 20아

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

양영준, 위혜숙

전체 청구항 수 : 총 33 항

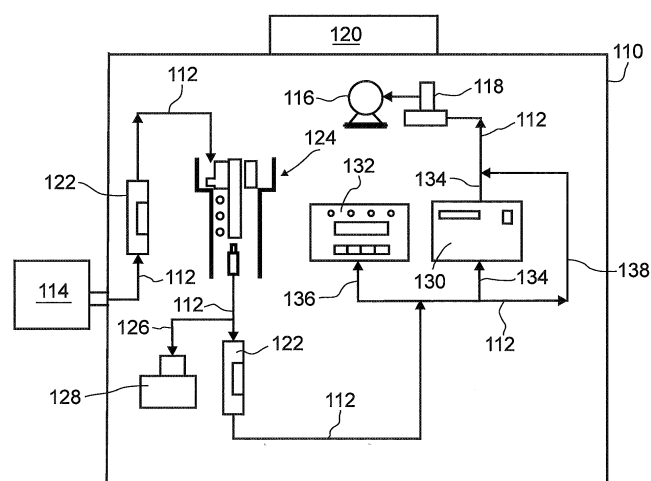
심사관 : 김지윤

(54) 발명의 명칭 다차원적 에어로졸 특성화를 위한 측정 시스템

(57) 요약

입자 (318) 전체를 특성화하기 위한 방법이 제안된다. 상기 방법은 특히 미세입자성 또는 나노입자성 에어로졸을 특성화하는 데에 사용될 수 있다. 상기 방법은 하기의 단계들을 포함한다: a) 전체의 종류가 선택되며, 여기서 선택된 종류의 입자 (318)는 사전특정된 이동성 d_m 을 갖는 것인, 분류 단계; b) 선택된 종류의 입자 (318)의 수 N 이 측정되는, 계수 단계; c) 선택된 종류의 입자 (318)의 전하 Q 가 측정되는, 전하 측정 단계; 및 d) 전하 Q , 수 N 및 이동성 d_m 으로부터 1종 이상의 형태학적 파라미터가 측정되며, 여기서 상기 형태학적 파라미터는 입자 (318)의 응집체 상태에 대한 1종 이상의 정보 항목을 포함하는 것인, 평가 단계.

대표도 - 도1



(72) 발명자

린젠윌러, 마르쿠스

독일 67069 루트비샤펜 브렌드스트룀스트라쎄 19

쉐퍼, 미카엘

독일 67122 알트리프 크로프스부르크스트라쎄 23

푸이, 데이비드 와이. 에이치.

미국 55441 미네소타주 플라이마우쓰 34쓰 애비뉴
노쓰 12855

피쎄, 하인츠

독일 47647 케르켄 나르치쎄베크 61

왕, 징

미국 55414 미네소타주 미네아폴리스 8쓰 스트리트
에스이 아파트먼트 303 1503

신원규

미국 55108 미네소타주 팔콘 하이즈 레이 플레이스
1206

명세서

청구범위

청구항 1

입자 (318) 전체의 특성화 방법으로서,

- a) 분류기 (124)를 사용하여 전체의 종류가 선택되며, 여기서 선택된 종류의 입자 (318)는 사전특정된 이동성 d_m 을 가지는 것인, 분류 단계;
- b) 계수기 (130)를 사용하여 선택된 종류의 입자 (318)의 수 N 이 측정되는, 계수 단계;
- c) 전하 측정기 (132)를 사용하여 선택된 종류의 입자 (318)의 전하 Q 가 측정되는, 전하 측정 단계; 및
- d) 조절장치 (120)를 사용하여 전하 Q , 수 N 및 이동성 d_m 으로부터 1종 이상의 형태학적 파라미터가 측정되며, 여기서 상기 형태학적 파라미터는 입자 (318)의 응집체 상태에 대한 1종 이상의 정보 항목을 포함하는 것인, 평가 단계

를 포함하며,

여기서 라인 시스템 (112)은 입자 (318)의 흐름을 안내하기 위해 사용되며, 분류기 (124), 계수기 (130) 및 전하 측정기 (132)가 상기 라인 시스템 (112)에 연결되고, 상기 계수기 (130) 및 전하 측정기 (132)는 라인 시스템 (112)의 병렬 분지 (134), (136)로 배열되는 것인, 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 입자 (318) 전체가 에어로졸인 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 입자 (318)가 미세입자, 나노입자, 또는 이들의 혼합물인 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 입자 (318)의 흐름이 부피 흐름, 질량 흐름, 또는 이들 모두인 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 1종 이상의 형태학적 파라미터가 형태학적 응집 종류로의 범주화에 대한 정보; 내부 다공성, 응집체 다공성 및 집합체 다공성 중 하나 이상; 겉보기 밀도, 응집체 또는 집합체 밀도; 입자 (318) 당 1차 입자 (316)의 수; 1차 입자 크기 a ; 1차 입자 크기 분포; 형상 인자의 정보 항목 중 1종 이상을 포함하는 것인 방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 형태학적 응집 종류로의 범주화에 대한 정보가 느슨한 응집체, 부분적으로 집합된 입자 및 집합체 사이의 구별인 것인 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 스캐닝 단계에서, 상기 방법 단계들이 개별적으로, 군으로써 또는 전체적으로 반복 수행되며, 각 반복마다 상이한 전체의 종류가 선택되는 것인 방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 방법 단계들이 단계 a) 내지 c)인 것인 방법.

청구항 9

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 평가 단계에서, 전하 Q , 수 N 및 이동성 d_m 과 형태학적 파라미터 사이의 알려져 있는 관계가 사용되며, 알려져 있는 관계가 경험적, 준-경험적 또는 분석적 수단에 의해 측정되는 1종 이상의 보정 함수 및 보정 곡선 (320), (322), (324)을 포함하는 것인 방법.

청구항 10

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 전하 Q 및 수 N 으로부터 감도 S 가 형성되며, 상기 감도 S 는 전하 Q 및 수 N 의 함수인 방법.

청구항 11

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 서로 다른 이동성 d_m 을 가지는 다수의 서로 다른 종류에 대하여 전하 Q 및 수 N 이 측정되며, 형태학적 파라미터를 측정하기 위한 평가 단계에서는 형태학적 파라미터를 사용하여 파라미터화되는 적합도 함수 (410)가 전하 Q 및 수 N , 또는 전하 Q 및 수 N 으로부터 형성되는 감도 S , 또는 전하 Q , 수 N 및 전하 Q 및 수 N 으로부터 형성되는 감도 S 에 피팅되고, 여기서 상기 감도 S 는 전하 Q 및 수 N 의 함수인 방법.

청구항 12

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 형태학적 파라미터를 사용한 평가 단계에서, 변수 d_m , Q 및 N 과는 상이한 1종 이상의 표적 변수 X 가 측정되며, 상기 표적 변수 X 는 선택된 입자 (318)의 종류를 적어도 부분적으로 특성화하는 것인 방법.

청구항 13

제12항에 있어서, 표적 변수 X 가 입자 (318)의 수; 입자 (318)의 표면적; 입자 (318)의 부피; 입자 (318)의 질량; 입자 (318)의 형상 인자; 응집체 당 1차 입자 (316)의 수; 표면 분포; 부피 분포; 질량 분포; 형상 인자 분포; 수 분포; 내부 다공성, 응집체 다공성 및 집합체 다공성 중 하나 이상; 겉보기 밀도; 응집체 또는 집합체 밀도의 표적 변수들 중 1종 이상을 포함하는 것인 방법.

청구항 14

제13항에 있어서, 서로 다른 이동성 d_m 을 가지는 서로 다른 종류를 사용하여 적어도 방법 단계 a) 내지 c)가 반복되며, 매 경우 표적 변수 X 가 확인되고, 표적 변수 분포가 확인되는 방법.

청구항 15

제14항에 있어서, 표적 변수 분포가 이동성 d_m 의 함수로서의 표적 변수 분포인 방법.

청구항 16

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 샘플채취 단계에서, 일정량의 선택된 종류의 입자 (318)이 분리되고, 일정량의 제거된 입자 (318)는 다른 특성화 방법으로 도입되는 것인 방법.

청구항 17

제16항에 있어서, 다른 특성화 방법이 화상화 방법인 방법.

청구항 18

입자 (318) 전체의 특성화 장치 (110)로서,

- a) 전체의 종류를 선택하도록 설계되며, 선택된 종류의 입자 (318)는 사전특정된 이동성 d_m 을 가지는, 분류기 (124);
- b) 선택된 종류의 입자 (318)의 수 N 을 측정하도록 설계되는 계수기 (130);
- c) 선택된 종류의 입자 (318)의 전하 Q 를 측정하도록 설계되는 전하 측정기 (132); 및

d) 전하 Q , 수 N 및 이동성 d_m 으로부터 1종 이상의 형태학적 파라미터를 측정하도록 설계되며, 여기서 상기 형태학적 파라미터는 입자 (318)의 응집체 상태에 대한 1종 이상의 정보 항목을 포함하는, 보정장치 (120)의 요소들을 포함하며,

입자 (318)의 흐름을 안내하기 위한 라인 시스템 (112)을 포함하고, 분류기 (124), 계수기 (130) 및 전하 측정기 (132)가 상기 라인 시스템 (112)에 연결되고, 상기 계수기 (130) 및 전하 측정기 (132)는 라인 시스템 (112)의 병렬 분지 (134, 136)로 배열되는 것인, 장치 (110).

청구항 19

제18항에 있어서, 입자 (318) 전체가 에어로졸인 장치 (110).

청구항 20

제18항에 있어서, 입자 (318)가 미세입자, 나노입자, 또는 이들의 혼합물인 장치 (110).

청구항 21

제18항에 있어서, 입자 (318)의 흐름이 부피 흐름, 질량 흐름, 또는 이들 모두인 장치 (110).

청구항 22

제18항에 있어서, 계수기 (130)이 연결되는 제1 분지 (134)를 통한 제1 부분 유량과 전하 측정기 (132)가 연결되는 제2 분지 (136)를 통한 제2 부분 유량 사이의 분지화 비가 알려져 있거나 또는 설정될 수 있는 장치 (110).

청구항 23

제22항에 있어서, 상기 제1 및 제2 부분 유량이 동일한 것인 장치 (110).

청구항 24

제18항 내지 제23항 중 어느 한 항에 있어서, 1종 이상의 샘플채취기 (128)를 추가적으로 포함하며, 상기 샘플채취기 (128)는 일정량의 선택된 종류의 입자 (318)를 분리하여 그것을 다른 특성화 방법으로 안내하도록 설계되는 것인 장치 (110).

청구항 25

제24항에 있어서, 샘플채취기 (128)가 라인 시스템 (112)에 연결된 것인 장치 (110).

청구항 26

제24항에 있어서, 다른 특성화 방법이 오프-라인 특성화 방법인 장치 (110).

청구항 27

제24항에 있어서, 다른 특성화 방법이 화상화 방법, 화학적 분석 또는 이들 모두인 장치 (110).

청구항 28

제18항 내지 제23항 중 어느 한 항에 있어서, 분류기 (124)가 정전기 분류기, 확산 분류기, 임팩션 분류기, 입자 질량 분광측정기의 장치들 중 1종 이상을 갖는 것인 장치 (110).

청구항 29

제28항에 있어서, 정전기 분류기가 미분형 이동성 분석기인 장치 (110).

청구항 30

제18항 내지 제23항 중 어느 한 항에 있어서, 계수기 (130)가 응축 입자 계수기 및 응축 핵 계수기; 레이저 계수기; 하전된 입자 (318)에 의해 야기되는 전류로부터 입자 수, 입자 유량, 또는 이들 모두를 추론하도록 설계

된 정전기 계수기의 장치들 중 1종 이상을 갖는 것인 장치 (110).

청구항 31

제18항 내지 제23항 중 어느 한 항에 있어서, 1종 이상의 하전 상태 생성기 (122)를 추가적으로 포함하며, 상기 하전 상태 생성기 (122)는 입자 (318), 입자 (318)의 선택된 종류, 또는 이들 모두에 정해진 하전 상태를 부여하도록 설계되는 것인 장치 (110).

청구항 32

제31항에 있어서, 1종 이상의 하전 상태 생성기 (122)가 분류기 (124)의 상류에 연결되는 하나 이상의 하전 상태 생성기 (122), 분류기 (124)의 하류에 연결되는 하나의 하전 상태 생성기 (122), 또는 이들 모두인 것인 장치 (110).

청구항 33

- 환경 분석 분야, 또는 직업 안전 또는 독성학 분야;

- 장치 (110)에 의해 에어로졸이 모니터링되는, 1종 이상 에어로졸의 사용을 기반으로 하는 방법이 사용되는 공정 제어 분야

로부터 선택되는 분야에서 제18항 내지 제23항 중 어느 한 항에 따른 장치 (110)를 사용하여, 에어로졸을 모니터링하는 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 입자 전체의 특성화를 위한 방법 및 장치에 관한 것이다. 더 구체적으로, 상기 입자는 에어로졸 입자, 특히 미세입자 및/또는 나노입자일 수 있다. 본 발명은 또한 상기 장치의 에어로졸 모니터링에서의 용도에 관한 것이다. 본 발명에 따른 방법 및 장치는 예를 들면 환경 분석, 작업장에서의 보호 또는 공정 모니터링 분야에서 사용될 수 있다.

배경 기술

[0002]

"에어로졸"은 하기에서 일반적으로 고체 및/또는 액체 현탁된 입자 (하기에는 일반적으로 "입자"로도 지칭됨)와 기체성 매체, 특히 공기의 혼합물을 의미하기 위하여 사용되는 명칭이다. 일반적으로 말하자면, 본 발명은 입자를 특성화하기 위한 방법 및 장치에 관한 것이다. 상기 에어로졸은 특히 마이크로미터 범위, 즉 < 1000 μm 범위, 및/또는 더욱 바람직하게는 나노미터 범위, 즉 < 1000 nm 범위의 입자를 가지는 에어로졸인 것을 의미한다.

[0003]

에어로졸의 조사 및 특성화는 자연 과학, 기술, 의학 및 일상 생활의 다양한 분야에서 중요한 역할을 한다. 예를 들자면, 에어로졸 및 에어로졸 입자의 표면 특성화는 환경 분석 및 의학 분야에서 중대한 역할을 하는데, 에어로졸의 표면 분포 및 표면 형태는 예를 들면 나노입자의 독성, 그리고 예를 들면 에어로졸 및 나노입자에 의해 야기되는 작업장 오염의 평가에 결정적인 영향을 가질 수 있기 때문이다.

[0004]

입자의 구조, 특히 응집체 구조에 대한 지식은 나노입자의 작업장 오염의 평가, 흡입-독성학적 가능성의 파라미터화, 및 기체성 나노규모 입자 합성에서의 공정 제어에 필수적이다. 입자 형성의 온-라인 관찰 역시 많은 다른 분야, 예를 들면 기상학 및 기후 연구 또는 에어로졸 물리학에 대단히 중요하다.

[0005]

구체적으로, 기체계(gas-borne) 나노규모 입자, 즉 예를 들면 < 1000 nm의 크기를 가지는 입자, 또는 다르게는 마이크로미터 입자, 즉 예를 들면 < 1000 μm 의 크기를 가지는 입자는 종종 소위 1차 입자들의 응집체 또는 집합체, 즉 소결된 응집체의 형태이다. 여기에서 상기 응집체의 구조는 예를 들면 사슬 방식으로 느슨하게 연결되거나, 및/또는 분지화되거나, 또는 심지어는 구형으로 소결될 수 있다.

[0006]

입자 또는 에어로졸을 특성화하기 위하여, 온-라인 또는 오프-라인으로 입자의 특성에 대한 중요한 설명이 이루어지는 것을 가능케 하는 많은 수의 서로 다른 장치 및 방법들이 개발되어 왔다. 하기 본문에서, "오프-라인" 측정법은 본원에서 기체 흐름과 관계없이 예를 들면 시간 변위로, 및/또는 별도의 장치에서 측정이 수행되는 측정이다. 반면, "온-라인" 측정은 직접적으로, 그리고 어떠한 큰 시간 변위도 없이 수행되는 것들, 예를 들면 실

시간 측정 또는 적어도 거의 실시간으로 수행되는 측정이다.

- [0007] 이와 같은 입자의 검출 및 계수는 이미 특히 나노입자 분야에서 현재 중요한 역할을 하고 있다. 많은 수의 상이한 유형의 입자 계수기가 알려져 있어서 시중에서 구입가능하며, 서로 다른 측정 원리를 기반으로 한다. 예를 들면, 한가지 측정 원리는 광, 예컨대 레이저 광에 의한 검출을 기반으로 한다. 그와 같은 레이저 입자 계수기의 예가 WO 91/08459호에 개시되어 있다. 초소형 입자용의 다른 입자 계수기 또는 입자 검출기는 하전 효과를 기반으로 하는, 예를 들면 WO 2007/000710 A2호에 개시되어 있는 입자 계수기이다. 산란 광 방법 (예를 들면 산란된 레이저 광)을 기반으로 하는 것들과 같은 다른 온-라인 측정 기술들도 알려져 있다. 다른 계수기 및 검출기는 WO 2007/000710 A2에 개시되어 있는 입자 센서와 같이, 정전기 원리를 기반으로 한다. 특히 매우 작은 입자, 예를 들면 통상적인 광 기술을 사용해서는 비교적 어려운 저 나노미터 범위의 입자도 검출할 수 있도록 하기 위하여, 소위 응축 핵 계수기 또는 응축 입자 계수기 (CPC)를 사용하는 것 역시 가능하다. 이 계수기 또는 검출기에서는, 예를 들면 해당 입자 주변에 응축물 슬리브(sleeve)를 제공하여, 부탄올을 포함하는 응축물의 필름을 침착함으로써, 입자의 크기가 인위적으로 증가된다. 이와 같은 방식으로 크기가 증가된 입자는 이후에 비교적 용이하게 검출될 수 있다. US 4,790,650호가 응축 입자 계수기의 예를 개시하고 있다.
- [0008] 입자의 순수한 검출 및 계수 이외에, 분류 역시 상응하는 입자의 검출과 함께 역할을 한다. 통상적으로, 입자는 그의 이동성, 즉 입자의 속력 대 입자에 작용하는 힘의 비에 따라 입자를 종류(class) 또는 분획으로 범주화함으로써 전기역학적 방식으로 분류된다. 전기적으로 하전된 입자의 경우, 특히 소위 전기적 이동성 (종종 Z 로도 지칭됨), 즉 입자의 속력 대 입자에 작용하는 전기장의 비가 현재 사용되고 있다.
- [0009] 액체 또는 유체 (기체 또는 액체) 중에서 운동하는 물체의 이동성은 보통 이동성-등가 직경으로도 종종 지칭되는 소위 이동성 직경 d_m 으로 표현된다. 이것은 유체 (예를 들면 사용되는 운반체 기체)에서 상기 이동성을 가지는 가상 구체의 직경이다.
- [0010] 예를 들면 그의 이동성에 따라 입자를 분리하는 것을 의미하는 분류를 위하여 많은 수의 장치 및 방법들이 개발되어 왔다. 한가지 예는 소위 미분형 이동성 분석기 (DMA)이다. 상기 분석기는 일반적으로 가변 전기 필터로서, 이것은 예를 들면 가변성 또는 고정식의 사전특정된 형상적 치수 및/또는 가변성 또는 고정식의 사전특정된 전기 전압의 함수로써, 입자 흐름 중 특정 전기적 이동성을 가지는 입자만을 통과시킨다. 그와 같은 미분형 이동성 분석기의 예가 WO 2007/016711 A1호에 개시되어 있다. 이와 같은 유형의 분류기는 종종 특정의 여과-분리된 종류 중 입자의 수 또는 농도가 계수되는 것을 직접적으로 가능케 하는 상응 계수기에 연결되어 있다. 이와 같은 방식으로, 예를 들면 종류를 바꾸어가면서 입자 전체의 농도 및 입자 크기 분포를 측정하는 것이 가능하다. 이와 같은 기기는 예를 들면 사소한 구조적 차이에 따라 "DMPS" 기기 (미분형 이동성 입자 크기측정기), SMPS (주사 이동성 입자 크기측정기) 또는 FMPS (속성 이동성 입자 크기측정기)로 지칭되는데, 해당 원리들 사이의 차이가 하기의 본문에서 중요하지는 않다. 측정 기기 또는 계수기에 직접적으로 연결되어 있는 상기 분류기 시스템의 예는 예를 들면 US 2006/0284077 A1호, US 2004/0080321 A1호, GB 2378510 A호, GB 2374671 A호, GB 2346700 A호 또는 WO 99/41585호에 개시되어 있다.
- [0011] 입자 또는 입자 흐름을 하전시키는 것은 선행 기술에 알려져 있는 많은 방법 또는 장치에서 중요한 역할을 하기 때문에, 한정된 전하를 입자에 생성시킬 수 있는 많은 수의 장치들이 개발되어 왔다. 하기에서 "하전 상태 생성기" 또는 "하전기"로도 지칭되는 이러한 장치들은 예를 들면 특정 전하 분포 (예컨대 입자가 1개, 2개 또는 보다 많은 양성 및/또는 음성 원소 전하를 수용할 가능성) 또는 고정식으로 사전특정된 수의 그와 같은 전하를 입자에 생성시킬 수 있다. 그와 같은 장치의 예는 EP 1 678 802 A2호, WO 00/787447 A1호 (여기에서는 DMA 및 CPC와 함께임) 또는 DE 198 46 656 A1호에 개시되어 있다. 동일한 수의 양전하 및 음전하가 생성되는 경우, 해당 하전 상태 생성기는 종종 예를 들면 US 6,145,391호에 개시되어 있는 바와 같이 중화기로도 지칭된다.
- [0012] 상기한 바와 같이, 입자, 특히 에어로졸의 온-라인 특성화에서는 일반적으로 구형 등가 입자 크기가 추정된다. 이것이 예를 들면 상기 언급된 DMPS, SMPS 및 FMPS 방법의 기초인데, 여기에서는 항상 이동성 직경 d_m 이 사용되기 때문이다. 그러나, 확인된 특성 값이 추가적으로 사용되는 경우, 이는 잠재적으로 상당한 오차를 야기할 수 있다. 예를 들자면, 상이한 유형의 응집물들이 구별될 수 없다. 또한, 직경의 오차는 3제곱의 입자 부피 계산에도 영향을 줌으로써, 예를 들면 입자의 질량 계산 (밀도가 알려져 있는 경우)에도 영향을 준다. 결과적인 질량 농도의 측정에서의 오차는 상당하다. 공지 방법 및 장치들의 부정확성은 또한 직경의 오차가 2제곱으로 영향을 주는 입자 표면적의 계산에서도 매우 현저해지게 된다. 이는 특히 입자의 표면적 및 표면 분포가 중요한 역할을 하는 독성학 분야에서의 공지 방법 및 장치의 심각한 단점이다. 또한, 공지의 방법을 사용해서는 예를 들면 막대 형상, 구체 형상, 플레이트 형상 사이의 차이, 또는 유사 형상 차이가 역할을 하는 형상 인자가 거의

검출될 수 없다.

[0013] 따라서, 1차 입자 직경, 응집체 입자 당 1차 입자 수, 그리고 응집체 형상 인자 및 기타 구조-특이적 파라미터들의 온-라인 측정은 시중에서 구입가능한 측정 방법을 사용해서는 전반적으로 거의 수행될 수 없다. 상기 파라미터들을 측정하기 위해서는 통상적으로 오프-라인 측정 방법이 사용되는데, 여기에서는 다른 특성화 방법으로 그것을 도입하기 위하여 예를 들면 샘플채취기에 의해 전체로부터 일부 입자가 채취된다. 예를 들자면, 상기 다른 특성화 방법은 화상화 특성화 방법, 예컨대 주사 전자 현미경법 (SEM), 투과 전자 현미경법 (TEM) 또는 원자력 현미경법 (AFM)일 수 있다. 전체로부터 샘플이 채취될 수 있는 이와 같은 유형의 샘플채취기의 예는 예를 들면 WO 2004/009243 A1호 또는 JP 2007127427 A호에 개시되어 있다. 그러나, 기술된 오프-라인 방법들은 고비용이며, 시간이 걸리고, 특히 온-라인 특성화 특성화 평가를 기반으로 하는, 예를 들면 작업장 보호 분야에서의 공정 파라미터, 제조 파라미터 또는 안전 수단의 제어를 가능케 하지 않는다.

[0014] 입자 직경의 상기 언급된 문제점을 해결하기 위한 다른 접근법은 계측학 방법보다는 하전 이론 및 응집체에 작용하는 전인력과 관련된 이론에 기초하여 입자 직경이 측정된다는 사실을 기반으로 한다. 그와 같은 이론적 또는 준-경험적 방법의 예는 A.A. 랄(Lall) 등의 문헌 ["On-line measurement of ultrafine aggregate surface area and volume distributions by electrical mobility analysis: I. Theoretical analysis", Aerosol Science 37 (2006) 260-271] 및 A.A. 랄(Lall) 등의 문헌 ["On-line measurement of ultrafine aggregate surface area and volume distributions by electrical mobility analysis: II. Comparison of measurements and theory", Aerosol Science 37 (2006) 272-282]에서 찾을 수 있다. 거기에 기술되어 있는 모델은 DMA 또는 SMPS에 의해 수행되는 이동성 분석을 응집체에 작용하는 전인력 및 응집체의 하전 효율에 관련된 계산과 조합한다. 동시에 제한이기도 한 많은 수의 가정을 기반으로 하는 이론적 접근법이 사용된다. 예를 들면, 응집체는 1차 입자를 포함하는 것으로 가정된다. 후자는 구형이어야 하며, 이미 미리 알려져 있는 1차 입자 크기 a 를 가져야 한다. 또한, 응집체의 표면은 접근가능해야 한다. 이것은 1차 입자가 서로를 덮지 않는다는 것을 의미하는데, 이는 예를 들면 응집체가 분명하게 함께 융합된 1차 입자를 가지는 것을 배제한다. 따라서, 상기 방법은 부분적으로 소결된 응집체 (집합체)에는 적용될 수 없다. 따라서 전체적으로, 기술된 모델은 모델이 실제적인 결과를 제공하도록 충족되어야 하는 많은 수의 모델-기반 제한 및 가정을 포함한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0015] 따라서, 본 발명의 목적은 공지 방법 및 장치의 상기한 단점들을 방지하는, 입자 전체를 특성화하기 위한 방법 및 장치를 명기하는 것이다. 구체적으로, 상기 방법 및 장치는 정확한 입자 형상에 따라 달라지는 특징적인 표적 크기 및/또는 상기 표적 크기 분포의 온-라인 측정 역시 할 수 있어야 한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 상기 목적은 독립 청구항의 특징을 가지는 방법 및 장치에 의해 달성된다. 본 발명의 유리한 진전은 종속 청구항에서 설명된다. 모든 청구항의 표현은 의거 참조로써 상세한 설명에 포함된다.

[0017] 형태학적 정보의 1종 이상 항목이 공정에서 직접적으로 또는 적어도 간접적으로 수득될 수 있도록 입자를 특성화하기 위한 장치 및 방법들을 조합하는 것이 본 발명의 기본적인 생각으로서, 상기 장치 및 방법은 원래 알려져 있는 것이다. 하기에 "형태학적 파라미터"로 지칭되는 상기 형태학적 정보는 입자의 응집체 상태에 대한 형태학적 정보의 항목이 입자가 느슨하게 소결된 (예컨대 사슬-유형 또는 분지형) 응집체의 형태로 존재하는지, 부분적으로 소결된 응집체로서 존재하는지, 또는 완전하게 소결된 집합체 또는 응집체로서 존재하는지에 대한 더욱 정밀한 정보인 것을 포함하고자 하는 것이다. 따라서, 예를 들면 형태학적 종류로의 범주화가 수행될 수 있다. 그러나 다르게는, 또는 형태학적 응집 종류로의 범주화에 대한 정보 항목 이외에도, 1종 이상의 형태학적 파라미터가 추가적인 정보를 포함할 수 있다. 예를 들면, 형태학적 파라미터는 입자 당 1차 입자의 수를 포함하거나, 및/또는 1차 입자 크기 a 및/또는 1차 입자 크기 분포, 및/또는 예를 들면 플레이트 형상, 막대 형상, 튜브 형상 또는 유사 형태들 사이를 구별하는 인자인 형상 인자를 가질 수 있다. 그것은 내부 다공성 및/또는 응집체 또는 집합체 다공성 및/또는 겉보기 밀도 및/또는 응집체 또는 집합체 밀도를 포함할 수도 있다. 그 예는 하기에 더욱 상세하게 설명될 것이다.

[0018] 이에 따라, 상기한 A.A. 랄 등의 문헌과 같이 공지의 준-경험적 및 이론적 접근법과는 반대로, 본 발명은 입자 형태에 대한 가정 또는 알려져 있는 정보가 사용될 필요가 없으며, 그 대신 느슨하게 소결된 응집체, 부분적으

로 소결된 응집체 또는 완전히 소결된, 즉 예를 들면 거의 구형인 응집체가 현재 존재하는지 여부의 구별이 계측학적 방식으로 이루어질 수 있는 방법을 제공한다.

[0019] 따라서, 입자 전체를 특성화하기 위한 방법이 제안되는 것이다. 여기에서, 전체는 일정량의 입자, 바람직하게는 고체 입자 및/또는 현탁된 입자로서의 액적으로서, 상기 일정량은 많은 수의 상기 입자, 바람직하게는 100개 초과, 특히 1000개 초과의 입자를 포함한다. 이와 같은 입자 전체는 특히 에어로졸, 즉 기체계 입자, 예를 들면 공기 중 입자 전체일 수 있다. 상기 입자는 특히 미세입자 및/또는 바람직하게는 나노입자일 수 있다. "에어로졸" 및 "미세입자" 또는 "나노입자"라는 용어의 정의와 관련하여서는, 상기를 참조할 수 있다.

[0020] 본 발명에 따라 제안되는 방법은 하기에 설명되는 방법 단계들을 포함하며, 이들은 바람직하게는 설명되어 있는 순서로 수행된다. 그러나, 설명되어 있는 것이 아닌 다른 순서가 가능하다. 방법에 열거되어 있지 않은 추가적인 단계가 수행되는 것 또한 가능하다. 개별적인 방법 단계들 또는 방법 단계들의 군이 반복적으로 수행되는 것, 또는 그들이 시간 면에서 적어도 부분적으로 중복되도록 수행되는 것 역시 가능하다. 상기 방법은 하기의 단계들을 포함한다:

[0021] a) 분류 단계에서 전체의 종류가 선택되며, 여기서 선택된 종류의 입자는 사전특정된 이동성 d_m 을 가진다.

[0022] "이동성"이라는 용어와 관련하여서는, 상기를 참조할 수 있다. "이동성"은 넓은 의미로 해석될 수 있으며, 분류에 사용되는 방법에 따라 달라진다. 일반적으로 상기 용어는 힘의 작용에 대한 반응으로서 입자에 의해 취해지는 운동 상태와 힘 자체 사이의 관계를 기술하여 의미한다. 이의 일 예는 비례 상수이다. 이동성의 정확한 정의는 특히 사용되는 분류 방법에 따라 크게 달라질 수 있다. 이의 일 예는 전기적 이동성이다. 예를 들어, 확산 분리기에서는, 그것이 확산 등가 직경일 수 있으며, 나노-임팩터(nano-impactor)에서는 그것이 임팩션(impaction) 등가 직경일 수 있다. 그것은 특히 기계적 이동성, 또는 특히 바람직하게는 전기역학적 이동성일 수도 있다. 그러나 다르게는, 또는 실제적 의미에서의 구체적인 이동성 이외에도, 이동성에만 관련되어 있는 변수를 사용하는 것 역시 가능하다. 따라서, 하기의 본문은 추가적으로 가능한 정의를 제한하지 않고, d_m 이라는 용어에 의해 표시되는 것과 마찬가지로 이동성 직경을 사용하여 "이동성"이라는 용어를 표현할 것이다. 상기에 설명된 바와 같이, 이와 같은 이동성 직경의 경우에서의 가정은 입자가 이동성 직경 d_m 을 가지는 구체라는 것이다.

[0023] 종류를 선택할 때에는, 고정식으로 사전특정된 이동성이 선택될 수 있다. 그러나 다르게는 또는 추가적으로는, 상기 사전특정된 이동성은 개방되거나, 반-개방되거나 또는 폐쇄된 이동성의 간격을 포함할 것이며, 이는 일반적으로 실제 경우가 될 것인데, 가장 정확한 분류 방법조차도 항상 소정의 최소 해상도를 가지기 때문이거나, 또는 이동성 간격이 의도적으로 선택되도록 예정되어 있기 때문이다.

[0024] 분류 단계를 수행하기 위해서는, 하기 장치에 대한 기술에서 더욱 상세하게 설명되는 바와 같이, 원칙적으로 모든 공지의 분류 방법 및/또는 분류 장치, 예를 들면 도입부에 기술되었던 선행 기술에 공지되어 있는 분류 방법을 사용하는 것이 가능하다. DMA를 사용하는 것과 같은 정전기 분류 방법의 사용이 특히 바람직하다.

[0025] 여기에서 "선택"은 바람직하게는 그와 같이 선택된 종류를 별도로 사용하기 위하여 선택된 종류의 나머지 입자들이 전체로부터 분리된다는 것을 의미하는 것으로 이해되어야 한다. 예를 들자면, 입자 전체는 저장 용기 및/또는 라인 시스템에 존재할 수 있으며, 선택되는 종류는 예를 들면 선택 용기 및/또는 라인 시스템으로 유출된다.

[0026] b) 제안된 방법은 또한 계수 단계를 포함한다. 본 계수 단계에서는, 선택된 종류의 입자 수 N 이 측정된다.

[0027] "수"는 다시 제한된 양의 선택된 종류의 수를 직접적으로 의미하는 것으로 이해될 수 있다. 이것은 특히 선택된 종류의 입자가 예를 들면 폐쇄된 용기 내에서 가용하게 되는 경우, 또는 선택된 종류가 또 다른 방식으로 폐쇄되는 경우의 예일 수 있다. 그러나, 선택된 종류 입자의 절대 수의 측정과 다르게 또는 추가적으로, 다시 상기 수에 직접적으로 상관되는 변수, 예를 들면 입자 유량이 사용되는 것 역시 가능하다. 이것은 선택된 종류가 예를 들면 연속적으로 가용하게 되는 선택된 종류의 입자 흐름의 형태로 연속 가용하게 되는 경우에 특히 편리하다. 이와 같은 경우, 입자 유량, 즉 예를 들면 시간 단위 당 유동 파이프를 통하여 흐르는 입자의 수, 부피 유량 등이 수 N 으로 언급될 수 있다.

[0028] 계수 단계를 수행하기 위해서는, 역시 원칙적으로 모든 공지의 계수 방법, 예를 들면 선행 기술에 공지되어 있는 상기 계수 방법이 사용되는 것이 가능하다. 가능한 구현예로는, 다시 하기의 장치에 대한 기술 또는 예시 구현예를 참조한다.

- [0029] c) 추가 방법 단계 (전하 측정 단계)에서는, 선택된 종류의 입자의 전하 Q 가 측정된다.
- [0030] 입자의 수 N 과 유사하게, 역시 절대 전하, 예를 들면 폐쇄된 양의 선택된 종류의 입자의 절대 전하, 및/또는 라인 시스템 파이프 구획 또는 측정 챔버에 존재하는 입자의 절대량을 측정하는 것이 가능하다. 여기에서는 총 전하, 또는 입자의 수가 알려져 있는 경우에는 평균 전하가 측정될 수 있다. 다르게는, 또는 총 전하 이외에, 다시 입자의 수 N 과 유사하게, 상관 변수 예를 들면 전류 I 또는 전류 밀도를 사용하는 것 역시 가능하다. 예를 들면, 시간 단위 당 흐르는 전하, 즉 전류 I 가 측정될 수 있다. 이것은 측정이 연속적으로 수행되는, 즉 예를 들면 선택된 종류가 연속적으로 가용하게 되는 상기의 경우에 특히 편리하다. 여기에서도 역시 원칙적으로 선행 기술에 공지되어 있는 모든 전하 측정 방법, 예를 들면 상기한 방법이 사용되는 것이 가능하다. 예를 들면, NSAM을 사용하여 측정된 전류 I 가 직접적으로 "전하 Q "로서 사용될 수 있다. 추가적으로 가능한 구현예로는, 하기에 언급되는 가능한 장치에 대한 기술을 참조한다.
- [0031] 먼저 선택된 종류의 입자에 전하를 적용하기 위해서는, 예를 들면 입자들 사이의 마찰 또는 입자 서로간의 충격의 영향과 같은 자연적인 기작이 사용될 수 있다. 그러나, 하기에 더욱 상세하게 설명되는 바와 같이, 선택된 종류의 정해진 하전 상태가 확립되는 별도의 전하 생성 단계를 수행하는 것이 특히 바람직하다.
- [0032] d) 추가 방법 단계 (평가 단계)에서는, 전하 Q , 수 N 및 이동성 d_m 으로부터 1종 이상의 형태학적 파라미터가 측정된다.
- [0033] 상기한 바와 같이, 형태학적 파라미터는 입자의 응집체 상태에 대한 형태학적 정보를 포함한다. 이와 같은 형태학적 파라미터는 예를 들면 1종 이상의 수, 벡터, 행렬 또는 다르게는 형태학적 종류로의 분류를 포함할 수 있다. 상기 1종 이상의 형태학적 파라미터가 하기의 정보 항목 중 1종 이상을 포함하는 경우가 특히 바람직하다: 형태학적 응집 종류로의 범주화에 대한 정보, 특히 느슨한 응집체, 부분적으로 집합된 입자 및 집합체 사이의 구별; 입자 당 1차 입자의 수; 1차 입자 크기 a ; 1차 입자 크기 분포; 형상 인자.
- [0034] 여기에서 1차 입자 크기 a 는 개별 입자가 구성되는 1차 입자의 크기 (이것은 예컨대 직경 및/또는 반경을 의미함)를 의미하는 것으로 이해된다. 그와 같은 1차 입자는 일반적으로는 예를 들면 오프-라인 측정, 예컨대 화상화 오프-라인 측정에 의한 통상적인 방법에서 측정될 수 있는데, 특히 응집체는 일반적으로 예를 들면 구형의 1차 입자, 또는 용이하게 측정될 수 있는 (예를 들면 원 및/또는 기타 기하학적 기본 요소, 예컨대 정사각형 및 직사각형을 2-차원 화상에 맞추어 보는 것에 의한 화상 평가법에 의한) 단순한 형상을 가지는 다른 유형의 1차 입자로 구성되기 때문이다. 특히 응집체의 경우에는, 첫 번째 계산에서 1차 입자의 표면적의 합이 전체 입자의 표면적을 형성한다는 것, 및/또는 1차 입자의 부피의 합이 전체 입자의 부피를 형성한다는 것이 가정될 수 있다. 유사하게, 예를 들면 평균 1차 입자 크기 또는 입자 내에서의 1차 입자 크기 분포를 고려함으로써 1차 입자 크기 분포를 평가하는 것 역시 가능하다.
- [0035] 하기에 더욱 상세하게 설명되는 바와 같이, 적어도 변수 Q , N 및 d_m 과 형태학적 파라미터 사이의 매우 독특한 관계를 확립하는 것이 가능하다. 이와 같은 관계는 예를 들면 경험적, 준-경험적, 또는 분석적 또는 이론적 고려를 사용하여 획득될 수 있다. 예를 들자면, 이와 같은 관계는 단일-변수 함수, 다-변수 함수, 그래프, 값의 표, 전자 표의 형태, 또는 유사 형태로 기록되어, 방법 단계 d)에서 사용될 수 있다.
- [0036] 평가 단계는 또한 1종을 초과하는 일련의 형태학적 파라미터들의 측정을 포함할 수 있다. 예를 들면, 특정 형태학적 종류, 예컨대 느슨하게 응집된 사슬-유형 또는 분지형 상태가 존재한다는 것을 결론짓는 데에 변수 Q , N 및 d_m 사이의 알려져 있는 관계를 사용하는 것이 가능하다. 이것은 예를 들면 하기에 설명되는 바와 같이, 사전 특정된 d_m 에 대하여 특정 형태학적 종류가 특정 입자 수 당 전류를 유발하며, 그 결과 상기 입자 수 당 전류가 실제로 측정되는 경우에는 상기 종류가 틀림없이 존재한다는 것이 알려져 있는 경우에 수행될 수 있다. 다음에는, 통상적인 방법에서는 보통 가정되나 본 발명의 방법에서는 획득되는, 해당 형태학적 종류가 틀림없이 존재한다는 사실로부터 추가적인 형태학적 파라미터들을 추론하는 것이 가능하다. 이와 같은 목적을 위하여, 예를 들면 하기에 더욱 상세하게 설명되는 바와 같이, 보정 함수가 사용될 수 있다. 예를 들면, 확인된 형태학적 종류에 대하여 유효한 보정 함수에 의해 변수 Q , N 및 d_m 으로부터 1차 입자 크기 a 또는 심지어는 1차 입자 크기 분포를 확인하는 것이 가능하다.
- [0037] 제안된 방법을 사용하면, 상기-언급된 문제점을 가지는 선행 기술 공지의 방법 및 장치들이 세련되게 사용될 수 있다. 예를 들어, 제안된 방법은 특히 입자 전체의 온-라인 특성화를 가능케 하는데, 온-라인으로 측정될 수 있는 형태학적 파라미터를 기반으로, 표면적, 부피, 응집체 또는 집합체 당 1차 입자 수, 내부 다공성 및/또는

응집체 또는 집합체 다공성, 겔보기 밀도, 응집체 또는 집합체 밀도 등과 같은 많은 수의 추가적인 특성 변수(하기에서는 "표적 변수"로 지칭됨)가 측정될 수 있기 때문이다. 따라서, 바람직하게는 오프-라인 분석의 도움 없이 수행될 수 있는 측정 변수로부터, 특히 나노규모 응집체의 많은 수의 추가적인 구조 파라미터를 측정하는 것이 가능하다. 이제는 이동성 직경의 단순 구체 모델로부터 형태학적 양태를 고려한 더 현실적인 모델, 예를 들면 1차 입자 모델로의 변화가 존재하기 때문에, 공지의 방법 및 장치에서 가능하던 것보다 상당히 더 높은 정밀도로 표적 변수를 측정하는 것이 가능하다. 이와 같은 방식으로, 특히 입자의 독성, 환경 적합성, 반응성 또는 유사 특성이 통상적인 방법을 사용하는 경우에 비해 훨씬 더 우수하게 예상 또는 평가될 수 있다. 또한 측정이 온-라인으로 수행될 수 있기 때문에, 제안된 방법은 예컨대 개방-루프(open-loop) 및/또는 폐쇄-루프(closed-loop) 공정 제어를 위한 다양한 가용 측정 장치에서 신속하고 비용-효과적인 방식으로 문제점 없이 실행될 수 있다.

[0038] 상기 설명된 그의 기본 형태로써의 제안된 방법은 다양한 방식으로 유리하게 추가 진전될 수 있다. 하기하는 진전은 개별적으로 또는 조합되어 실현될 수 있다.

[0039] 예를 들면, 상기 설명된 방법은 먼저 각 선택된 종류에 대한 형태학적 파라미터의 측정을 기술하고 있다. 그러나, 이미 설명된 바와 같이, 상기 방법 단계들은 반복될 수도 있다. 이것은 소위 스캔(scan), 다시 말하면 상이한 이동성 d_m (즉 적어도 완전히 일치하지는 않는 이동성)을 가지는 상이한 종류가 차례로 선택되는 방법에 특히 유용하다. 다음에는, 이러한 상이한 종류에 대하여 기술된 방법에 따라 각 경우에서 형태학적 파라미터들이 측정되는데, 그 결과를 사용하여 이동성 d_m 의 함수로써 1차 입자 크기 분포가 확인될 수 있다. 이를 위해서는, 특히 방법 단계 a) 내지 c)를 반복적으로 수행하는 것이 가능하다. 상기 평가 단계 역시 반복될 수 있거나, 또는 방법 단계 a) 내지 c)에서 확인된 모든 변수가 이후의 전체 평가 단계에서 평가되어 형태학적 파라미터의 분포, 예를 들면 이동성 d_m 의 함수로써의 1차 입자 크기 분포로 전환될 수 있다. 상기에서 이미 나타낸 바와 같이 다음에는, 이와 같은 분포로부터 많은 수의 다른 분포, 예를 들면 표면 분포, 1차 입자 크기 분포, 부피 분포, 질량 분포, 형상 인자 분포 또는 유사 분포를 추론하는 것이 가능하다.

[0040] 역시 상기에 표시된 바와 같이, 평가 단계에서 전하 Q , 수 N 및 이동성 d_m 과 형태학적 파라미터 사이의 알려져 있는 관계가 사용되는 것이 가능하다. 이와 같은 알려져 있는 관계는 예를 들면 경험적, 준-경험적 또는 분석적 수단에 의해 측정되는 1종 이상의 평가 함수(하기에서는 보정 함수로도 지칭됨)를 포함할 수 있다. 그러나, 여기에서 평가 함수가 통상적인 의미에서의 함수로 이해되어야 할 필요는 없으며, 대신 상기 용어는 예를 들면 기록되어 있는 보정 값, 예를 들면 하나 이상의 표 또는 행렬에 기록되어 있는 보정 값, 및/또는 보정 함수의 다-변수 곡선, 예를 들면 형태학적 파라미터(예컨대 1차 입자 크기 a)를 사용하여 파라미터화된 다-변수 곡선을 포함할 수도 있다. 보정 함수의 측정에 대한 예는 하기에 열거된다.

[0041] 보정 함수에서 사용되는 알려져 있는 관계는 특히 예를 들면 오프-라인 방법에 의해 측정되는 것이 가능하다. 그러나 다르게는 또는 추가적으로는, 온-라인 방법에 의해 상기 관계를 측정하는 것 역시 가능하다. 이와 같은 방식으로 확인되는 알려져 있는 관계는 이후에 온-라인 방법에서 사용될 수 있기 때문에, 제안된 방법의 상기 언급된 비용 및 시간 상의 장점은 감소되지 않는다. 예를 들어, 상기 알려져 있는 관계는 다수의 시험 입자를 사용하여 측정될 수 있으며, 여기에서는 예를 들면 시험 입자의 형태학적 종류 및/또는 1차 입자 직경이 오프-라인 방법, 특히 화상화 방법으로 측정될 수 있다. 시험 입자의 변수 Q , N 및 d_m 은 이후에 선행 청구항 중 하나에 따라 방법 단계 a) 내지 c)에 의한 방법을 사용하여 측정될 수 있는데, 예를 들어 1차 입자 직경 a 가 형태학적 종류에 관하여 획득된 사실을 사용하여 변수 Q , N 및 d_m 사이의 관계에 의해 확인될 수 있다. 상기 관계는 예를 들면 적합도 함수(fit function) 등을 사용하여 확인될 수 있다.

[0042] 상기한 바와 같이, 제안된 방법이 1종 이상의 전하 생성 단계를 포함하는 경우가 더욱 특히 바람직하다. 이와 같은 전하 생성 단계에서는, 입자 및/또는 선택된 종류의 정해진 하전 상태가 확립되는 것이 가능하다. 여기에서 정해진 하전 상태는 입자들 및/또는 선택된 종류의 각 입자의 전하가 알려져 있거나, 또는 입자들 또는 입자 종류의 전하 분포가 알려져 있는 상태를 의미하는 것으로 이해된다. 상기 하전 상태는 입자가 전체적으로 0이 아닌 다른 총 전하를 가진다는 사실에 의해 달성될 수 있거나, 또는 편의상 전체적으로 중성이 확립됨으로써, 양전하 및 음전하가 전체적으로 서로 상쇄 제거되는 것이 가능하다. 후자의 경우는 종종 다소 혼란스럽게도 "중화"로도 지칭되는데, 하전된 입자가 여전히 존재함에도, 전체적으로 중성이 우세하기 때문이다.

[0043] 역시 예로써 하기에 설명되는 바와 같이, 전하 생성 단계는 제안된 방법의 서로 다른 곳에서 유용할 수 있다. 예를 들면, 전하 생성 단계는 특히 분류 단계 전 또는 동안에, 및/또는 전하 측정 단계 전 또는 동안에 수행될

수 있다. 전하 생성 단계를 수행하기 위해서는, 다시 원칙적으로 예를 들면 선행 기술에 공지되어 있는 상기한 방법 및 장치, 특히 소위 하전기를 사용하여 정해진 하전 상태를 확립하는, 선행 기술에 공지되어 있는 모든 방법을 사용하는 것이 가능하다. 따라서, 예를 들면 전하 생성 단계는 이온화 입자 또는 이온화 입자 광선의 사용, 및/또는 이온화 입자선 및/또는 이온화 전자기 방사선과 같은 이온화 방사선의 사용을 포함할 수 있다. 바람직하게는, 입자의 전하 생성 단계는 방사성 방사선 및/또는 전자기 방사선의 사용을 포함한다. 전하 생성은 직접적이거나 간접적인 방식으로 수행될 수 있다. 따라서, 전하는 예컨대 직접적으로 입자를 이온화하는 것에 의해, 직접적으로 입자에서 생성되거나, 및/또는 거기로 전달될 수 있다. 다르게는 또는 추가적으로는, 간접적인 하전 방식이 사용될 수 있다. 따라서, 전하는 운반체 기체 분자와 같은 별도의 운반체에서, 예컨대 공기 분자에서 생성된 후, 이어서 하전된 운반체로부터 입자 상으로, 예컨대 하전된 운반체의 입자로의 확산에 의해 전달될 수 있다. 후자의 원리는 일반적으로 "확산 하전"으로 알려져 있으며, 본 발명하에서 바람직한 하전 기작이다. 그에 따라, 확산 하전은 하전이 입자의 재료로부터 거의 독립적이라는 장점을 제공한다. 확산 하전을 사용하게 되면, 예컨대 운반체가 일반적으로 중합체 입자 또는 다른 유형의 절연 재료로 제조된 입자와 동일한 방식으로 하전되게 된다. 통상적으로, 운반체 (예컨대 운반체 기체) 이외에도, 확산 하전기는 1종 이상의 방사성 물질, 바람직하게는 기체 분자를 이온화할 수 있는 알파- 및/또는 베타-선과 같은 선들을 방출하는 물질을 포함한다. 그 예로는, ^{85}Kr 및/또는 ^{210}Po 가 거명될 수 있다. 그러나 추가적으로는 또는 다르게는, 감마 방사선 및/또는 자외선 방사선 및/또는 이온화 입자 광선 및/또는 플라스마와 같은 다른 유형의 이온화 선 및/또는 광선 및/또는 수단이 사용될 수 있다. 일반적으로, 하전기는 다른 장치, 예를 들면 분류 장치 및/또는 전하 측정용 장치에 완전히 또는 부분적으로 통합될 수도 있다.

[0044]

평가를 단순화하기 위하여, 먼저 전하 Q 및 수 N 으로부터 감도 S 를 형성하는 것이 가능하다. 상기한 바와 같이, 변수 Q 및 N 은 다시 실제 전하 또는 수와 직접적으로 상관되는 변수를 포함하거나 그것일 수도 있다. 예를 들어, 감도는 수로 나눈 전류를 포함할 수 있다. 일반적으로, 상기 감도 S 는 전하 Q 및 수 N 의 사전특정된 함수, 특히 전하 Q 및 수 N 의 비율일 것이다.

[0045]

상기한 바와 같이, 예를 들면 전하 Q , 수 N 및 이동성 d_m 과 1종 이상 형태학적 파라미터 사이의 알려져 있는 관계가 평가 단계에서 사용될 수 있다. 예로써, 상기 관계 이외에도, 감도 S 및 이동성 d_m 및 형태학적 파라미터 사이의 관계를 사용하는 것 역시 가능하다. 이와 같은 방식으로, 단일 종류만을, 즉 스캔을 사용하지 않고 분류할 때에도 형태학적 파라미터를 측정하는 것이 역시 가능하다. 그러나 다르게는 또는 더하여, 스캔이 수행될 수도 있으며, 이후에 형태학적 파라미터가 적합도 함수에 의해 측정될 수 있다. 공정에서는, 서로 다른 이동성 d_m 을 가지는 다수의 서로 다른 종류에 대한 전하 Q 및 수 N (또는 감도 S)이 측정된다. 1차 입자 크기 a 및/또는 기타 형태학적 파라미터를 측정하기 위한 평가 단계에서는, 1종 이상의 형태학적 파라미터, 예컨대 1차 입자 크기 a 에 의해 파라미터화되는 적합도 함수가 형태학적 파라미터, 예컨대 1차 입자 크기 a 를 측정하기 위하여, 전하 Q 및 수 N , 또는 전하 Q 및 수 N 으로부터 형성되는 감도 S 에 피팅된다. 그와 같은 피팅 작업의 예는 하기에 더욱 상세하게 기술된다.

[0046]

상기에 나타난 바와 같이, 형태학적 파라미터에 대한 사실이 입자 전체를 특성화하고 형태와 상관시키는 추가적인 표적 변수, 또는 분포를 측정하는 데에 사용될 수 있다. 선택된 입자 종류를 적어도 부분적으로 특성화하는 상기 표적 변수 X 는 예를 들면 입자들 또는 선택된 종류의 입자의 표면적, 상기 입자의 부피, 상기 입자의 질량, 상기 입자의 형상 인자, 입자 또는 응집체 당 1차 입자의 수, 또는 유사한 가능 표적 변수를 포함할 수 있다. 여기에서, 상기 표적 변수는 서로 다른 이동성 d_m 을 가지는 서로 다른 종류에 대하여 그것이 측정되고, 그 결과로서 표적 변수, 특히 이동성 d_m 의 함수로서의 표적 변수 분포가 확인될 수 있도록 측정될 수 있다.

[0047]

상기에 설명된 바와 같이, 제안된 방법은 특히 온-라인 방법, 즉 공정 중에서 해당 목적으로 인하여 상기 공정 (예컨대 제조 또는 생산 방법)이 심각하게 방해될 필요없이 거의 실시간으로 결과를 제공하는 방법으로서 사용될 수 있다. 그럼에도 불구하고, 제안된 방법은 오프-라인 측정에 의해 임의로 확장될 수 있다. 이것은 예를 들면 평가 단계용 또는 종종 플랜트의 모니터링용으로 관계 (상기에 설명)를 확인하기 위하여 참조 측정을 수행하는 데에 유리할 수 있다. 이를 위하여, 제안된 방법은 바람직하게는 일정량의 선택된 종류의 입자가 분리되는 샘플링 단계를 포함할 수 있다. 예를 들자면, 각 선택 종류에 대하여, 또는 1종 이상의 특정 선택 종류에 대해서만 입자를 분리하는 것이 가능하다. 분리되는 입자의 양은 다른 특성화 방법, 특히 오프-라인 특성화 방법으로 조사될 수 있다. 이와 같은 특성화 방법은 특히 화상화 방법 및/또는 화학적 분석 방법일 수 있다. 이와 같은 방식으로 광학 현미경법, 주사 전자 현미경법, 투과 전자 현미경법, 원자력 현미경법 또는 다른 공지

화상화 방법, 또는 상기 화상화 방법들의 조합을 사용하여, 예를 들면 형태학적 종류, 1차 입자 크기 등과 같은 형태학적 파라미터를 확인하는 것이 가능하다.

[0048] 제안된 방법에 더하여, 입자 전체를 특성화하기 위한 추가적인 장치가 제안된다. 상기 장치는 특히 상기한 구현예들 중 1종 이상에 따른 방법의 수행용으로 설계될 수 있다. 따라서, 가능한 구현예 및 정의와 관련해서는, 상기를 참조할 수 있다. 이와 같은 방법을 수행하기 위하여, 장치는 특히 조절장치(controller)를 포함할 수 있다. 상기 조절장치는 예를 들면 집중식 또는 분산식 조절장치의 형태일 수 있으며, 예를 들면 전자 조절장치, 특히 데이터-처리 기계를 포함할 수 있다. 상기 데이터-처리 기계는 예를 들면 하나 이상의 프로세서, 메모리, 입력 및 출력 수단 및/또는 데이터-처리 기계에 보통 존재하는 유사 기구를 포함하는 마이크로컴퓨터 및/또는 퍼스널 컴퓨터를 포함할 수 있다.

[0049] 방법 단계 a) 내지 d)에 있어서, 장치는 분류기, 계수기, 전하 측정기 및 보정장치(calibrator)를 포함한다. 여기에서, 분류기는 전체로부터 종류를 선택하며, 계수기는 선택된 종류의 입자 수 N을 측정하고, 전하 측정기는 입자의 전하를 측정하며, 보정장치는 1종 이상의 형태학적 파라미터, 예를 들면 형태학적 종류, 집합 종류, 1차 입자 크기 a 또는 다수 형태학적 파라미터들의 조합을 측정한다. 여기에서 분류기, 계수기, 전하 측정기 및 보정장치는 별도로나 바람직하게는 직접적으로 연결된 요소 (예컨대 라인 시스템을 통하여 서로 연결됨)의 형태일 수 있다. 그러나, 상기 요소는 서로 완전히 또는 부분적으로 통합될 수도 있음으로써, 예를 들면 분류기 및 계수기가 완전히 또는 부분적으로 동일한 구성요소를 사용하여 설계될 수 있다. 상기 보정장치는 특히 데이터-처리 기계를 포함할 수 있는데, 보정장치의 임무가 특히 데이터 평가의 영역에 있기 때문이다. 보정장치는 또한 그에 의해 예를 들면 입력 및 출력 작업이 수행될 수 있는 인터페이스를 포함할 수도 있으며, 여기에서는 예를 들면 형태학적 파라미터 (예컨대 1차 입자크기 또는 1차 입자 크기 분포) 또는 표적 변수 또는 그로부터 유래하는 표적 크기 분포가 질문될 수 있다.

[0050] 상기에 설명된 바와 같이, 장치는 특히 라인 시스템을 포함할 수 있다. 이와 같은 라인 시스템은 입자의 흐름, 특히 입자의 부피 흐름 및/또는 질량 흐름을 안내하도록 설계되어 있다. 이를 위하여, 입자는 상기 설명된 바와 같이, 기체계 입자, 특히 에어로졸의 형태로 존재할 수 있다. 예를 들자면, 운반체 기체가 사용될 수 있다. 상기 분류기, 계수기 및 전하 측정기의 요소는 라인 시스템으로 연결되도록 되어 있다. 라인 시스템의 분류기는 특히 계수기 및 전하 측정기의 상류에 연결될 수 있다. 물론 또한, 상기 라인 시스템은 예를 들면 1차 입자 및/또는 1종 이상의 운반체 기체를 도입하기 위하여, 추가적인 하나 이상의 기체 유입구를 포함할 수 있다. 또한, 라인 시스템은 측정 및/또는 조절 장치, 예를 들면 부피 유량을 측정하기 위한 측정 장치, 펌프, 유량 측정기, 유량 조절장치, 밸브 등을 포함할 수도 있다.

[0051] 여기에서 계수기 및 전하 측정기는 원칙적으로 서로 직렬로 연결될 수 있다. 그러나, 계수기와 전하 측정기가 라인 시스템의 병렬 분지로 배열되는 경우가 특히 바람직하다. 여기에서, 계수기가 연결되는 제1 분지를 통한 제1 부분 유량과 전하 측정기가 연결되는 제2 분지를 통한 제2 부분 유량 사이의 분지화 비는 알려져 있을 수 있거나, 또는 설정될 수 있다. 제1 및 제2 부분 유량이 등가인 경우가 특히 바람직하다. 제1 부분 유량 및 제2 부분 유량, 그리고 라인 시스템을 통하여 흐르는 입자의 전체 유량 사이의 흐름 균등화를 보장하기 위하여, 라인 시스템이 하나 이상의 우회 라인을 추가적으로 포함하는 것이 가능하며, 상기 우회 라인은 계수기 및/또는 전하 측정기를 통과하는 우회 흐름을 안내하도록 설계된다. 따라서, 최적의 방식으로 개별 부분 유량을 조정하는 것이 가능하다.

[0052] 방법의 골격 내에서 상기한 바와 같이, 때로는 입자 전체의 온-라인 특성화 이외에도 오프-라인 분석을 수행하는 것이 편리할 수 있다. 따라서, 상기 장치는 또한 1종 이상의 샘플채취기, 특히 라인 시스템에 연결되어 있는 샘플채취기를 포함할 수 있다. 샘플채취기는 특히 일정량의 선택된 종류의 입자를 분리하고, 그것을 다른 특성화 방법, 특히 화상화 방법에 도입하도록 설계될 수 있다. 여기에서 샘플채취기는 원칙적으로 어떠한 원하는 입자 분리 수단도 사용할 수 있다. 예를 들자면, 도입부에서 기술하였으며 선행 기술에 공지되어 있는 샘플채취기가 예를 들면 기관 상에 입자를 침착하는 데에 사용될 수 있다. 그것은 예를 들면 하나 이상의 전달 기관 상에 침착될 수 있으며, 그것은 이후에 화상화 방법으로 도입된다.

[0053] 다른 바람직한 대표 구현예는 분류기, 계수기 및 전하 측정기의 바람직한 설계에 관한 것이다. 이러한 장치들은 예를 들면 다시 그러한 모든 장치들을 포함함으로써, 선행 기술에 공지되어 있는 모든 해당 원리들을 실행할 수 있다. 분류기에서는, 그것이 하기의 장치들 중 1종 이상을 가지는 경우가 특히 바람직하다: 정전기 분류기, 즉 전기장 및 임의로 하나 이상의 개구부 또는 구멍에 의한 분리에 의해 분류가 수행되는 분류기. 특히, 상기 정전기 분류기는 하나 이상의 서로 다른 이동성 분석기(들) (DMA)을 포함할 수 있다. 그러나 다르게는 또는 추

가적으로는, 확산 분류기 (예컨대 확산 분리기), 입자 질량 분광측정기, 나노-입펙터 또는 유사 분류기, 또는 분류기들의 조합과 같은 다른 유형의 분류기가 사용되는 것 역시 가능하다.

[0054] 상기 계수기는 특히 응축 입자 계수기 및/또는 응축 핵 계수기, 즉 이후의 해당 계수를 단순화하기 위하여 예를 들면 응축을 이용하여 먼저 입자의 크기가 인위적으로 증가되는 계수기를 포함할 수 있다. 다르게는 또는 더하여, 계수기는 레이저 계수기 및/또는 또 다른 유형의 광학 계수기를 포함할 수도 있다. 다르게는 또는 더하여, 계수기는 하전된 입자에 의해 야기되는 전류로부터 입자 수 및/또는 입자 유량을 추론하도록 설계된 1종 이상의 정전기 계수기를 포함할 수도 있다. 물론, 다른 유형의 계수기, 또는 언급된 계수기 및/또는 기타 계수기들의 조합 역시 사용될 수 있다.

[0055] 전하 측정기와 관련하여서는, 하전된 입자에 의해 야기되는 전류를 측정하기 위한 전류 측정 장치를 포함하는 경우가 특히 바람직하다. 그러나 다르게는 또는 더하여, 그것은 전위계, 특히 패러데이 컵 전위계를 포함할 수도 있다. 언급된 장치와 다르게는, 또는 그것 이외에도, 그것이 입자 표면적 측정기, 특히 나노입자 표면적 모니터 (NSAM)를 포함하는 경우가 특히 바람직하다. 그와 같은 나노입자 표면적 모니터에 대해서는 예를 들면 도 입부에서 언급되었으며 원칙적으로 전류의 측정을 포함하는 US 2006/0284077 A1호에 기술되어 있다. 그와 같은 나노입자 표면적 모니터는 시중에서 구입가능하다.

[0056] 상기한 바와 같이, 장치는 또한 입자 및/또는 입자의 선택된 종류에 정해진 하전 상태를 부여하도록 설계된 1종 이상의 하전 상태 생성기를 포함할 수 있다. 이와 같은 하전 상태 생성기는 특히 분류기의 상류에 연결되거나, 분류기 내에 포함될 수 있거나, 및/또는 분류기의 하류에 연결될 수 있다. 하전 상태 생성기는 예를 들면 쌍극자 하전기, 중화기, 방사성 방사선 공급원을 기반으로 하는 하전 상태 생성기; 전기장을 기반으로 하는 하전 상태 생성기; 광선, 특히 UV 광선을 기반으로 하는 하전 상태 생성기; 코로나 방전을 기반으로 하는 하전 상태 생성기, 또는 언급된 하전 상태 생성기 및/또는 기타 하전 상태 생성기의 조합일 수 있다.

[0057] 기술된 방법 및 장치는 설명된 구현에 하나 이상의 각 경우에서 상이한 방식으로 유리하게 사용될 수 있다. 환경 분석 및/또는 작업장에서의 보호 또는 독성학 분야에서의 에어로졸 모니터링을 위하여 장치를 사용하는 것이 특히 바람직하다. 다르게는 또는 더하여, 상기 장치는 공정 제어의 영역에서 에어로졸을 모니터링하는 데에 사용될 수도 있는데, 여기에서는 1종 이상의 에어로졸을 사용하는 것을 기반으로 하는 방법이 사용되며, 여기에서 장치는 에어로졸을 모니터링하는 데에 사용된다.

[0058] 일반적으로, 본 발명은 바람직하게는 특히 기체 상 공정에서의 공정 모니터링 영역 및 공정 제어 영역에서 사용될 수 있다. 언급된 예는 탄소 나노튜브 (CNT)의 제조, 화염 및 플라스마 합성 (예컨대 금속 산화물 및/또는 혼합 산화물의 합성), 탈승화, 고온 벽 반응기, 분산 및 건조 방법, 기체 상 분리 공정 (화학적 증착 (CVD) 및/또는 화학적 증기 합성 (CVS)) 또는 유사 공정이다. 이러한 공정에서, 기술된 방법 및 장치는 원하는 미립자 구조 (예컨대 CNT의 길이 및 직경, 응집체 당 1차 입자 크기 및 1차 입자 분획, 소결 상태, 응집체 표면적, 응집체 부피 등)를 기반으로 하여 공정 제어를 수행하는 데에 사용될 수 있다.

[0059] 또한, 통상적인 방법으로 중량에 의해 나노규모 입자의 질량 농도를 측정하는 것은 가능하지 않거나, 또는 어렵게만 가능하다. 상기에 제안된 방법 및 제안된 장치는 특히 미세 먼지의 미래의 방출 및 주입 한계 값과 관련하여 나노규모 기체계 입자의 질량 농도를 측정하는 데에 사용될 수 있다. 또한, 나노규모 입자의 구조적 파라미터, 특히 상기 언급된 표적 변수는 예를 들면 작업장에서의 보호 분야를 위한 독성 가능성과 상관될 수 있다. 이것은 특히 당국, 연구소 및 전문가 부문은 물론, 흡입 독성학 분야에서 장점이 된다.

[0060] 대표적인 구현예

[0061] 추가적인 세부사항 및 특징들이 하위청구항들과 연관된 하기의 바람직한 대표 구현예에 이어진다. 여기에서, 각 특징은 그 자체로 또는 다른 것과의 조합으로 함께 실행될 수 있다. 본 발명이 대표 구현예에 제한되는 것은 아니다. 대표적인 구현예들은 도면에 개략적으로 도시하였다. 여기에서, 개별 도면의 동일한 참조 번호는 동일한 요소 또는 동일하거나 유사한 기능을 가지는 요소를 표시한다.

[0062] 구체적으로:

[0063] 도 1은 본 발명에 따른 장치의 개략도를 나타내며;

[0064] 도 2a 및 2b는 본 발명에 따른 방법의 대표적인 구현예의 흐름도를 나타내고;

[0065] 도 3a는 1차 입자 크기가 전하 측정기에서의 전류에 미치는 영향의 대표적인 실례를 나타내며;

- [0066] 도 3b는 보정 곡선의 예를 나타내고;
- [0067] 도 4a는 1차 입자 직경의 오프-라인 측정의 예를 나타내며;
- [0068] 도 4b는 본 발명에 따른 피팅 방법을 사용한 1차 입자 직경 측정의 예를 나타내고;
- [0069] 도 5는 통상적인 방법에 따라 측정된 표면 분포의 본 발명에 따라 측정된 에어로졸 표면 분포와의 비교를 나타내며;
- [0070] 도 6은 통상적인 방법에 따라 측정된 에어로졸 부피 분포의 본 발명에 따른 방법에 따라 측정된 에어로졸 부피 분포와의 비교를 나타낸다.
- [0071] 도 1은 본 발명에 따라 입자 전체를 특성화하기 위한 장치 (110)의 대표적인 구현예를 개략적으로 도시한다. 하기의 본문에서는, 입자 전체가 에어로졸의 입자를 의미하는 것으로 가정되는데, 다른 구현예의 가능성을 제한하는 것은 아니다. 하기에서는 모델 시스템으로서, 은 나노입자의 소결된 응집체를 고려한다. 그러나 물론, 다른 입자 또는 에어로졸도 가능하다.
- [0072] 도 1에 도시되어 있는 대표적인 구현예에서, 장치 (110)은 에어로졸 유입구 (114)를 통하여 에어로졸이 공급될 수 있는 공통 라인 시스템 (112)를 가진다. 상기 에어로졸 유입구 (114)는 예를 들면 운반체 기체, 입자, 에어로졸 또는 유사물용의 상이한 연결이 제공될 수 있도록 다양한 설계를 포함할 수 있다. 입자 또는 에어로졸은 예를 들면 일정한 부피 유량으로 조절되는 펌프 (116)을 사용하여 라인 시스템 (112)를 통해 흡입된다. 그것은 예를 들면 질량 흐름 조절장치 (MFC) (118)을 사용하여 조절될 수 있다. 유량은 예를 들면 도 1에 도시되어 있는 개별 또는 모든 구성요소의 측정 신호가 거기에 전달될 수 있으며, 도 1에 도시되어 있는 장치 (110)의 개별 또는 모든 구성요소에 제어 및/또는 조절 신호를 출력할 수 있는, 장치 (110)의 조절장치 (120)에 의해 조절될 수 있다. 이와 같은 조절장치 (120)은 예를 들면 마이크로컴퓨터 및/또는 퍼스널 컴퓨터를 포함할 수 있다.
- [0073] 라인 시스템(112)에는, 제1 하전 상태생성기(122)가 배열되며, 이것은 라인 시스템 (112)를 통하여 에어로졸 유입구 (114)에 연결된다. 상기 하전 상태 생성기 (122)는 예를 들면 쌍극자 하전 공급원의 형태일 수 있으며, 예를 들면 방사성 공급원, 예컨대 ⁸⁵Kr 공급원이 장착될 수 있다. 그러나, 다른 구현예도 가능하다.
- [0074] 상기 하전 상태 생성기 (122)는 라인 시스템 (112)를 통하여 다시 분류기 (124)에 연결된다. 이와 같은 분류기 (124)는 여기에서는 도 1에 상징적으로만 예시되어 있다. 본 대표 구현예에서는, 상기 분류기가 특히 미분형 이동성 분석기 (DMA), 즉 예를 들면 특정 구멍 형상 및/또는 전압 및/또는 전기장을 설정함으로써 에어로졸로부터 사전특정된 이동성 d_m 을 가지는 종류를 선택할 수 있는 분류기 (124)일 수 있다. 종류의 선택은 예를 들면 다시 선택되는 이동성 d_m 이 조절장치 (120)에 의해 사전특정될 수 있도록 조절장치 (120)에 의해 조절될 수 있다. 유사한 방식으로, 예를 들면 이동성 스캔, 즉 상이한 종류가 차례로 선택되는 스캔이 수행되는 것이 가능하다. 그와 같은 스캔은 예를 들면 분류기 (124) 자체에서 조절될 수 있거나, 및/또는 역시 조절장치 (120)에 의해 조절이 사전특정될 수 있다.
- [0075] 상기 분류기 (124)는 바람직하게는 이제는 선택된 종류의 에어로졸만이 진입할 수 있는 라인 시스템 (112)를 통하여 다시 제2 하전 상태 생성기 (122)에 연결된다. 이와 같은 제2 하전 상태 생성기는 역시 쌍극자 하전기일 수 있다. 분류기 (124)의 하류에 연결되어 있는 이와 같은 제2 하전 상태 생성기 (122)는 종종 소위 "중화기"로서 작용하는데, 여기에서 선택된 종류 전체의 중성을 확립하기 위하여 선택된 종류 내에서 전하 균형화가 발생하기 때문이다.
- [0076] 샘플채취기 (128)에 연결되어 있는 부분 라인 (126)은 분류기 (124)와 하전 상태 생성기 (122) 사이의 라인 시스템 (112)로부터 분지되어 나온다. 상기 샘플채취기는 예를 들면 나노입자 에어로졸 샘플채취기의 형태일 수 있으며, 예를 들면 상기한 샘플채취기들 중 1종을 포함할 수 있다. 이와 같은 샘플채취기 (128)은 특히 선택된 종류 또는 다수의 선택된 종류의 에어로졸의 오프-라인 특성화를 위한 샘플링을 가능케 하도록 설계되어야 한다. 이를 위하여, 샘플 채취기 (128)은 예를 들면 차후에 예컨대 화상화 방법에 도입되기 위하여 에어로졸의 종류 1종 이상의 하나 이상 입자가 적용될 수 있는 1종 이상의 샘플 운반체를 포함할 수 있다. 예를 들면 라인 시스템 (112)의 나머지 부분 중 1종 이상과 마찬가지로, 상기 부분 라인 (126)에는 예컨대 샘플링 작업을 조절하기 위한 하나 이상의 밸브가 장착될 수 있다. 상기 밸브는 다시 조절장치 (120)을 통하여 조작될 수 있으며, 그 결과, 예를 들면 샘플링 역시 조절장치 (120)에 의해 조절될 수 있다.
- [0077] 분류기 (124)의 하류에 연결되어 있는 상기 제2 하전 상태 생성기 (122)는 다시 라인 시스템 (112)를 통하여 계

수기 (130) 및 전하 측정기 (132)에 연결된다. 여기에서 상기 계수기 (130) 및 전하 측정기 (132)는 병렬로 연결된다. 이를 위하여, 라인 시스템 (112)는 계수기 (130)으로 이어지는 제1 분지 (134), 및 전하 측정기 (132)로 이어지는 제2 분지 (136)으로 분지된다. 상기 2개의 분지 (134) (136)을 통한 부분 유량의 비는 바람직하게는 알려져 있거나, 또는 설정될 수 있다. 이는 예를 들면 역시 조절장치 (120)에 의해 조정될 수 있는 예컨대 적절한 구멍 및/또는 밸브에 의해 수행될 수 있다. 2개의 분지 (134) (136)을 통한 부분 유량은 그것이 동일하도록 조정될 수 있는 경우가 특히 바람직하다.

- [0078] 도 1에 도시되어 있는 대표적인 구현예는 또한 계수기 (130) 및 전하 측정기 (132)를 지나쳐 펌프 (116)으로 가는 우회 흐름을 안내하는 우회 라인 (138)을 제공한다. 도 1에 도시되어 있는 대표적인 구현예에서, 계수기 (130)은 그의 하류 측에서 다시 우회 라인 (138)에 연결되어 있으며, 그에 따라 제1 분지 (134)를 통하여 흐르는 부분 흐름은 펌프 (116)에 의해 계수기 (130)을 통하여 흡입된다.
- [0079] 계수기 (130)은 예를 들면 상기 설명된 바와 같이, 응축 입자 계수기 (CPC)를 포함할 수 있다. 전하 측정기 (132)는 예를 들면 독일 아헨 소재 TSI GmbH 사의 NSAM과 같이 전류로서 입자의 전하 출력을 측정하는 나노입자 표면적 모니터 (NSAM)를 포함할 수 있다. 그러나, 경우에 따라 다른 구현예도 가능하다. 하기의 본문에서 상기 분류기 (124)는 DMA로도 지칭되며, 상기 계수기 (130)은 CPC로도 지칭되고, 상기 전하 측정기 (132)는 NSAM으로도 지칭되나, 다른 가능한 구현예를 제한하는 것은 아니다.
- [0080] 입자는 일정한 부피 유량으로 조정되는 펌프 (116)을 사용하여 먼저 제1 하전 상태 생성기 (122)를 통해 흡입되는데, 이것은 분류기 (124)의 상류에 연결되며, 입자를 전기적으로 한정된 하전 상태가 되게 한다. 상기한 바와 같이, 이는 예를 들면 방사성 공급원을 사용한 쌍극자 하전일 수 있다.
- [0081] 이어서, 예를 들면 정전기 방식으로 작동하는 분류기 (122)를 사용하여 입자가 동일 크기, 즉 동일 이동성의 단분산 분획으로 분류된다. 상기 분별은 예를 들면 전기 전압 또는 전기장을 변화시킴으로써 변조될 수 있으며, 그 결과 상기 설명된 바와 같이, 전체 크기 범위 또는 분획의 범위가 스캔의 골격 내에서 측정될 수 있다.
- [0082] 이렇게 선택된 종류 또는 단분산 입자 분획은 이어서 바람직하게는 다시 제2 하전 상태 생성기 (122)에서 전기적으로 한정된 전하 상태로 되는데, 이것은 분류기 (124)의 하류에 연결되어 있으며, 예를 들면 제1 하전 상태 생성기와 동일한 설계를 가질 수 있다. 이후, 기체 흐름은 분할되어 제2 분지 (136)을 통해 전하 측정기로 안내된다. 전하 측정기에서는 입자에 존재하는 전하가 검출된다. 입자 상의 전기 전하는 입자 표면적과 상관되기 때문에, 단분산 분획 또는 종류의 입자 표면적이 그에 따라 역시 직접적으로 또는 간접적으로 검출된다.
- [0083] 제2 기체 흐름은 제1 분지 (134)를 통하여 계수기 (130)으로 안내된다. 상기한 바와 같이, 특히 응축 핵 계수기 또는 전위계가 나노규모 입자용으로 적합하다.
- [0084] 따라서, 도시된 장치는 이동성 d_m 을 사전특정하거나 설정하는 데에, 그리고 전하 측정기 (132) 및 계수기 (130)에 의해 그렇게 선택된 분획 또는 종류의 전하 Q 및 입자 수 N 을 측정하는 데에 사용될 수 있다. 계수기 (130) 및 전하 측정기 (132)는 또한 도 1에 별도의 요소로서 도시되어 있으나, 그들이 완전히 또는 부분적으로 동일한 구성요소를 사용하여 설계될 수도 있다는 것에 유의해야 한다.
- [0085] 이렇게 온-라인으로 측정될 수 있는 변수 d_m , Q 및 N 이외에도, 동시에 작동될 수 있으나, 라인 시스템 (112)에 통합될 수도 있는 임의의 샘플채취기 (128)을 사용하여 오프-라인 분석을 수행하는 것이 가능하다. 그의 크기에 따라 분리된 해당 입자는 예를 들면 화학적 분석, 오프-라인 REM/TEM 분석 또는 유사한 유형의 분석에 사용될 수 있다.
- [0086] 본 발명에 따른 방법의 가능한 대표적인 구현예가 도 2a 및 2b의 도시를 참조하여 하기에 설명될 것이다. 여기에서는, 도 1의 대표 구현예에 따른 장치 (110)을 참조한다. 그러나 원칙적으로는, 본 발명에 따른 방법의 골격 내에서 다른 유형의 장치 (110)이 사용될 수도 있다.
- [0087] 참조 번호 210은 도 2a에서 분류 단계를 상징적으로 표시한다. 이와 같은 분류 단계 (210)에서는, 예를 들면 분류기(124)의 DMA에 의해, 여기에서 예를 들면 이동성 직경 d_m 으로 표시되는 이동성이 상기한 바와 같이 사전 특정된다.
- [0088] 또한, 참조 번호 212는 도 2a에서 계수 단계를 상징적으로 표시한다. 예를 들면 계수기 (130) 또는 CPC를 사용하여 수행될 수 있는 이와 같은 계수 단계 (212)는 분류된 입자의 수 N 을 측정한다. 상기에 설명된 바와 같이, 이와 같은 수 N 은 유사 변수, 예를 들면 입자 유량, 즉 제1 분지 (134)를 통하여 시간 단위 당 흐르는 입자의

수일 수도 있으며, 분류된 입자, 즉 예를 들면 입자 분획 중 응집된 입자의 총 수에 대한 정보를 직접적으로 제공한다.

[0089] 참조 번호 214는 도 2a에서 전하 측정 단계를 상징적으로 표시한다. 이와 같은 전하 측정 단계에서는, 예를 들면 전하 측정기 (132) 또는 NSAM을 사용하여 분류된 입자의 전하가 측정된다. 그러나 실제로는, 특히 예를 들면 NSAM이 사용되는 경우, 전하보다는, 전하와 직접적으로 상관되는 변수, 일반적으로 전류 I가 측정된다. 상기 설명된 바와 같이, "전하"라는 용어는 이를 포괄할 수 있다. 따라서, 전류 I는 하기에서 전하 Q와 부분적으로 동일시된다.

[0090] 도 2a에서 참조 번호 216에 의해 상징적으로 표시되는 추가 방법 단계에서는, 2종의 측정 변수 N 및 I (또는 Q)로부터 감도 S가 확인되는데, 상기 감도 S는 상기 2종 측정 변수의 함수이다. 전류 I와 수 N의 몫, 즉 I/N 나누기 N은 여기에서 특히 유용한 것으로 입증되었다. 원칙적으로, 감도의 확인 (216)은 임의의 방법 단계이나, 이후의 평가 및 보정을 용이하게 할 수 있는 단계이다. 감도는 예를 들면 1종 이상의 전하 구성요소, 예컨대 분할기(divider)를 사용하여, 또는 예를 들면 완전히 또는 부분적으로 컴퓨터-지원 방식으로, 예컨대 다시 예를 들면 1종 이상의 컴퓨터 프로그램에 의해 프로그램-제어되는 조절장치 (120)에서 확인될 수 있다.

[0091] 다음에, 이제는 알려진 응집 입자의 이동성 직경 또는 이동성 d_m , 전류 I 또는 전하 Q 및 수 N으로부터 상기 신호 또는 변수의 적절한 조합에 의해 원칙적으로 1종 이상의 표적 변수 X가 측정될 수 있다. 느슨한 응집체 및 소결된 응집체로부터 예를 들면 수 분포, 표면 분포 또는 부피분포 및 형상 인자가 유도될 수 있다. 또한, 예를 들면 1차 입자 크기 및 응집체 당 1차 입자의 수 및/또는 질량 및/또는 질량 분포가 계산될 수 있다.

[0092] 사전특정된 이동성의 변수 d_m , 그리고 측정 변수 N 및 Q 또는 I를 사용하여 도 2a에 따른 본 발명의 방법에서 평가 단계로써 추가적인 평가가 수행된다. 이와 같은 평가 단계는 도 2a에서 참조 번호 218에 의해 상징적으로 표시된다. 이와 같은 평가 단계 (218)의 목표는 1종 이상의 형태학적 파라미터, 예를 들면 1차 입자 크기 a를 확인하는 것이다. 상기 평가 단계 (218) 역시 완전히 또는 부분적으로 컴퓨터-지원되는 방식으로, 예를 들면 다시 도 1 장치 (110)의 조절장치 (120)를 사용하여 수행될 수 있다. 이를 위하여, 상기 조절장치는 예를 들면 프로그램 기술 면에서 적절하게 구비될 수 있는 데이터-처리 기계를 포함할 수 있다.

[0093] 평가 단계 (218)을 수행하기 위한 가능한 구현예를 명료하게 할 목적으로, 도 3a 및 3b를 참조한다.

[0094] 예를 들자면, 도 3a는 전하 측정기 (132)를 사용하여 측정된 신호 Q 또는 I (예컨대 NSAM 신호)와 응집된 입자의 형태 사이에 관계가 존재한다는 것을 보여준다. 그래프에서, NSAM 신호는 알려져 있는 입자 수에 대한 소결 온도 T (°C로 측정), 즉 입자가 소결되었던 온도의 함수로써의 전류 I (예컨대 입자 당 fA)의 형태로 플로팅된다. 서로 다른 기호는 서로 다른 전체 크기, 즉 서로 다른 이동성 직경의 입자를 표시하는데, 180 nm 내지 80 nm 사이의 값이 사용되었다.

[0095] 부분도 310 내지 314는 예로써 선택된 3종의 서로 다른 소결 온도에서의 입자 또는 응집체의 오프-라인 화상을 나타낸다. 이들 화상은 화상화 방법을 사용하여 취득하였는데, 본 경우에는 투과 전자 현미경법이 사용되었다. 그러나, 다른 화상화 방법 역시 사용될 수 있다. 예를 들자면, 이러한 입자들은 도 1에 따른 장치 (110)에서 샘플채취기 (128)를 사용하여 라인 시스템 (112)로부터 분리되어, 화상화 방법으로 도입될 수 있다.

[0096] 부분도 310 내지 314에서 볼 수 있는 바와 같이, 소결 온도는 응집체의 형상에 결정적인 효과를 가진다. 사전 특정 모델 시스템에서, 겨우 20 °C의 소결 온도에서는 응집체가 단순히, 하기에서 1차 입자 (316)으로도 지칭되는, 느슨한 연결의 대략 구형인 부분 입자의 형태이다. 그러나, 사용되는 입자 시스템의 유형에 따라, 상기 1차 입자 (316)은 상이한 형상, 예를 들면 정사각형 형상, 플레이트-유형의 형상, 막대-유형의 형상 등을 가질 수도 있다. 1차 입자 (316)으로서의 구체의 경우, 직경이 1차 입자 크기 a로 기능할 수 있는 반면, 1차 입자 (316)의 다른 형상의 경우에는, 가장자리 길이와 같이 1차 입자 (316)의 크기를 특징짓는 다른 변수가 사용되어야 한다. 수동 평가 또는 화상화 방법을 사용한 평가 (예를 들면 화상 310에서의 1차 입자 (316)에 원을 맞추어보는 것에 의함)에 의해, 1차 입자 크기 a 및 그의 평균 값 또는 중간 값을 오프-라인으로 측정하는 것이 가능하다. 하기의 본문에서는, 구형으로 가정된 1차 입자의 반경이 1차 입자 크기로 간주된다.

[0097] 화상 314와 316 (각각 소결 온도 200 °C 및 600 °C)의 제1 화상 310 (소결 온도 20 °C)와의 비교에서 증명되는 바와 같이, 입자의 형태는 변화하며, 소결 온도를 상승시킴에 따라 1차 입자 크기 a는 증가한다. 1차 입자 (316)의 크기는 다시 예를 들면 수동으로 또는 컴퓨터-지원 화상 평가 방법에 의해 측정될 수 있다. 매우 높은 온도에서는, 상기 1차 입자 크기 a가 일정한 값에 접근하는데, 1차 입자 (316)의 형상이 단일 구체의 형상에 접

근하기 때문이다.

[0098] 부분도 310 내지 314는 서로 다른 형태학적 종류들을 보여준다. 예컨대, 부분도 310의 입자 (318)은 일반적으로 "응집체"로 지칭된다. 응집체는 일반적으로 거의 반 데어 발스-힘(Van der Waals-force)에 의해 서로 "연결"되어 있는 1차 입자 (316)의 응집을 포함한다. 부분도 310에 나타난 응집체와는 달리, 부분도 314의 입자 (318)은 다소 구형의 형상을 나타내는 형태학적 "대립물(antipode)"을 대표한다. 중간에, 부분도 312에 나타난 입자는 일반적으로 "집합체"로 지칭된다. 거기에서는, 이미 해상하기가 다소 어려워진 1차 입자 (316)이 대부분 물질 가교에 의해 서로 연결되어 있다.

[0099] 부분도 310 내지 314에 나타난 3종의 형태학적 종류는 1차 입자 (136)의 1차 입자 크기 a 및/또는 다른 형태학적 파라미터와 같은 1종 이상의 형태학적 파라미터를 사용하여 숫자로 특성화될 수 있다. 이에 따라, 특히 하기에서 "형상 인자" (엄격한 의미에서 이것이 반드시 형상학적 또는 형태학적 형상을 기술할 수 있는 것은 아니라 할지라도)로 지칭될 형태학적 파라미터 k 가 사용될 수 있다. 다르게는 또는 더하여, 다른 형태학적 파라미터가 사용될 수 있다. 상기 형상 인자 k 는 소결 정도, 응집의 유형 및/또는 마이크로- 또는 나노입자의 유형을 기술한다. 따라서, k 는 "응집체", "집합체" 또는 "구체"와 같은 "입자 종류" 또는 "입자 유형"을 기술한다. k 가 반드시 입자의 형상에 연결될 필요는 없을 수 있는데, 예를 들면 집합체는 응집체와 유사한 형상을 가질 수 있기 때문이다. 다른 분류, 예를 들면 부분도 310 내지 314에 나타난 3종의 형태학적 종류보다 더 많은 종류를 가지는 분류 역시 가능하다. 부분도 310 내지 314에 도시되어 있는 응집체 또는 입자 (318)의 형상들의 비교는 20 °C (부분도 310)로부터 200 °C (부분도 312)를 거쳐 600 °C (부분도 314)까지의 소결 온도에서 느슨한 연결 (예를 들면 형태학적 종류 1, 부분도 310)로부터 부분적 소결 (예를 들면 형태학적 종류 2, 부분도 312)을 거쳐 거의 구형의 형상 (예를 들면 형태학적 종류 3, 부분도 314)까지 변화하는 입자 (318)의 형상이 전하 측정기 (132)의 신호에 분명한 영향을 준다는 것을 보여준다. 이것은 표면적이 (도 310 내지 314에서 볼 수 있는 바와 같이) 소결 온도가 상승함에 따라 감소하며, 최종적으로 단일 구체의 값에 접근한다는 사실과 연관되어 있다. 상기한 바와 같이, 입자 (318)이 취할 수 있는 전하는 입자 (318)의 표면적과 강하게 연관되어 있는데, 표면적이 증가할수록 더 많은 전하가 수용될 수 있기 때문이다.

[0100] 이와 같은 관계는 예를 들면 그에 의해 이동성 d_m , 전하 Q 또는 전류 I , 및 입자 수 N 으로부터 1차 입자 크기 a 및/또는 다른 형태학적 파라미터가 추론될 수 있는, 보정 곡선을 형성하는 데에 활용될 수 있다. 그와 같은 보정 곡선의 예가 도 3b에 도시되어 있다. 거기에서는 감도 S , 이 경우에는 전하 측정기 (132) (예컨대 NSAM)에 의해 측정되었던 전류를 계수기 (130) (예컨대 CPC)에 의해 측정되었던 입자 수로 나누고, nm의 이동성 직경 d_m 의 함수로써 단위 S (fA cm³)로 플로팅한다. 감도의 상기 단위는 전류가 보통 입자 당 A 또는 fA로 측정되는 반면, 상기 입자 수는 예를 들면 cm³ 당 입자로 주어질 수 있는 것의 결과이다.

[0101] 여기에서는, 3종의 서로 다른 소결 입자에 대한 측정 값이 플로팅됨으로써, 3종의 서로 다른 보정 곡선 (320), (322) 및 (324)로 귀결된다. 이러한 보정 곡선은 도 3a의 부분도 310 내지 314에 따른 입자 (318)의 소결 온도 20 °C, 200 °C 및 600 °C에 상응한다. 여기에서, 이론적 측정 곡선을 측정 값에 피팅하였는데, 이것 역시 중간 값들의 해독을 가능케 하며, 예를 들면 실제 보정 곡선 (320) 내지 (324)를 형성할 수 있다.

[0102] 원칙적으로, 피팅이 1차 입자 크기 및/또는 형상 인자와 같은 원하는 1종 이상의 형태학적 파라미터를 추론하는 것을 가능하게만 한다면, 다소 임의의 이론적, 준-경험적 또는 경험적 곡선이 사용될 수 있으며, 측정 값에 피팅될 수 있다. 예로써, 하기의 이론적 또는 준-경험적 곡선이 사용될 수 있으며, 상세하게 기술될 것이나, 본 발명의 영역이 거기에 제한됨을 의미하는 것은 아니다. 본 발명이 하기에 개괄되는 이론의 정확도에 얽매는 것은 아니며, 다른 곡선 및/또는 모델이 사용될 수 있다.

[0103] 실험적 결과는 감도 S 와, 단순 구체의 경우 도 3b의 이동성 d_m 에 해당하는 구체의 직경 d 사이의 하기 관계로 이어진다:

수학식 2

$$S = x(d)^h$$

[0105] 반경 a (여기 및 하기에서 1차 입자 크기로 지칭됨)를 가지는 개별의 분리된 1차 입자에 대해서는 관계 (2)가

참이라고 가정될 수 있다:

수학식 3

[0106]

$$S^P = x(2a)^h$$

[0107]

예로는, 도 3a 부분도 310의 입자 (318)과 같은 느슨한 응집체가 고려된다. 물리적으로, 응집체는 많은 수 N_p 개의 1차 입자 (316)으로 구성된다. 그러나, 이러한 1차 입자 (316)은 일반적으로 분리된 구체가 하는 만큼 전하에 기여하지 않는다. 따라서, 응집체의 감도 S 는 $N_p \cdot S^P$ 미만이다. 느슨한 응집체의 감도는 N_c 개의 분리된 1차 입자 (316)의 총 감도와 등가이며, $N_c < N_p$ 인 것으로 가정된다:

수학식 4

[0108]

$$S = N_c S^P$$

[0109]

여기에서, N_c 는 응집체 입자 (318) 중 1차 입자 (316)의 당량 수(equivalent number)로서, 응집체의 전기적 특성을 표시한다.

[0110]

이론상, N_c 와 N_p 사이의 관계는 하기로 기록될 수 있다고 가정될 수 있다:

수학식 5

[0111]

$$N_c = c \cdot N_p^k$$

[0112]

여기에서, c 는 $0 < c < 1$ 인 계수를 나타낸다. 1차 입자 (316)의 수 N_p 는 랄(Lall) 및 프리들란더(Friedlander)에 의한 하기의 모델을 사용하여 계산될 수 있다:

수학식 6

[0113]

$$N_p = \frac{3\pi\lambda}{c^*a^2} \frac{d_m}{C_c(d_m)}$$

[0114]

파라미터 λ 의 의미는 하기에서 더욱 상세하게 논의될 것이다. 상기-언급된 방정식 (3) 내지 (6)을 조합함으로써, 느슨한 응집체의 감도 S 는 하기와 같이 기록될 수 있으며:

수학식 7

$$\begin{aligned} S &= c \left(\frac{3\pi\lambda}{c^* a^2} \frac{d_m}{C_c} \right)^k x (2a)^h \\ &= c \left(\frac{3\pi\lambda}{c^*} \right)^k \left(\frac{d_m}{C_c} \right)^k x 2^h a^{h-2k} \\ &= A \left(\frac{d_m}{C_c} \right)^k a^{h-2k} \end{aligned}$$

[0115]

$$A = c \left(\frac{3\pi\lambda}{c^*} \right)^k x 2^h$$

여기서 이다.

[0116]

[0117]

상기 피팅 상관 (7)의 파라미터들은 하기와 같이 논의된다. λ 는 기체 분자의 평균 자유 경로이다. c^* 는 다네케(Dahneke)와 랄 및 프리들란트에 의해 사용된 이론적 모델에 공지되어 있는 파라미터이다. 집합체 배향이 무작위인 경우, c^* 의 값은 확산 반사에 대하여 9.34, 그리고 정반사성 반사에 대하여 6.85이다. c^* 의 값은 상이한 배향에 대하여 변화한다. 피팅 과정에서, 일단 배향이 결정되고 나면 c^* 는 일정하다. x 및 h 는 실험 데이터 및 상관 (2)로부터 취한 파라미터이다. 조정될 수 있는 2종의 파라미터는 c 및 k 이다. 거기에서, k 는 부분도 310, 312 및 314에 나타낸 3종의 서로 다른 형태학적 종류와 같이, 입자 (316)의 형태를 특징짓는 형상인자를 표시하며, 상기 논의된 바와 같다.

[0118]

이와 같은 이론적 또는 준-경험적 접근에서, 피팅의 목표는 1차 입자 크기 a 를 측정하는 것일 수 있다.

[0119]

느슨한 응집체의 실험적 데이터는 통상적으로 예를 들면 도 3b에 나타낸 바와 같이 d_m 의 함수로서의 감도 S 를 제공할 수 있다. 피팅 과정은 하기와 같이 기술될 수 있다. c 및 k 모두의 값이 알려져 있다고 가정하면, 다음에 a 가 알려지고, 상관 (7)은 하기와 같이 기록될 수 있다:

수학식 8

$$S^{\frac{1}{h-2k}} = A^{\frac{1}{h-2k}} \left(\frac{d_m}{C_c} \right)^{\frac{k}{h-2k}} a$$

[0120]

$$S^{\frac{1}{h-2k}} = A^{\frac{1}{h-2k}} \left(\frac{d_m}{C_c} \right)^{\frac{k}{h-2k}}$$

[0121]

이제는 $S^{\frac{1}{h-2k}}$ 과 사이에서 선형 피팅이 수행될 수 있다. 그렇다면, 선형 상관의 기울기가 a 이다.

[0122]

c 및 k 의 값은 결정되어야 한다. 논리적인 방식은 1차 크기 a 의 값이 전자 현미경사진으로부터 취득되는 물리적 값에 가깝도록 c 및 k 값을 할당하는 것이다. 이와 같은 방식으로 전자 현미경법과 같은 오프라인 특성화를 사용하는 피팅 방법의 임의의 보정 단계를 고려할 수 있다. 추가적으로 또는 다르게는, 문헌상의 값 및/또는 데이터베이스가 사용될 수 있다. 따라서, 예를 들면 은 및 SiO_2 응집체에 대한 데이터는 이와 같은 보정을 완료하는 데에 유용하다. 은 및 SiO_2 및/또는 다른 응집체에 대한 c 및 k 의 값은 예컨대 소프트웨어를 사용하는

것에 의해 평가 단계에서 충족될 수 있다.

- [0123] 선행 보정이 없는 새로운 유형의 응집체에 대해서는, c 및 k 의 값이 일반적으로 알려져 있을 수 없다. 이전의 실험적 데이터에서, 서로 다른 유형의 느슨한 응집체에 대한 c 및 k 의 값은 상이할 수 있으나, 통상적으로 소정 범위에서 유지될 수 있다. 이와 같은 경우, 한 가지 선택권은 새롭고 알려져 있지 않은 유형의 응집체에 대하여 예컨대 소프트웨어의 디폴트 값을 사용하는 것에 의해 사전결정된 c 및 k 의 값을 사용하는 것이다. 그와 같은 접근법의 오차는 일반적으로 알려져 있지 않으나, 허용가능할 수 있다. 추가적으로 또는 다르게 사용될 수 있는 또 다른 선택권은 작업자가 c 및 k 의 값을 바꾸고, a 의 변화를 관찰하도록 하는 것이다. 더 많은 적용 및 더 많은 실험적 데이터를 사용하면, 피팅 파라미터 c 및 k 의 데이터베이스가 성장하여 더 많은 유형의 응집체들을 포괄할 수 있다.
- [0124] 원칙적으로는 그 수가 원하는 만큼 확장될 수 있는 각각의 보정 곡선 (320) 내지 (324)는 서로 다른 1차 입자 크기 a 및/또는 서로 다른 형상 인자 k 및/또는 기타 형태학적 파라미터를 특성화하기 때문에, 드디어 이동성 d_m (분류기 (124)의 설정에 따름) 및 감도 S (측정값 N 및 Q 또는 I 에서 유래)가 알려져 있는 경우, 그러한 값들에 해당하는 특정 보정 곡선을 확인하는 것이 가능하다. 예를 들면, 일군의 보정 곡선들이 데이터 저장장치에 저장되는 것이 가능하며, 거기에서는 S 및 d_m 의 저장된 보정 곡선과의 비교가 적절한 보정 곡선을 선택하는 데에 사용될 수 있다. 다음에는, 이와 같은 보정 곡선과 관련된 1차 입자 크기 a 및/또는 형상 인자 k 및/또는 기타 형태학적 파라미터들이 평가 단계의 평가의 결과 (경우에 따라서는 일시적인 결과)가 될 수 있다.
- [0125] 지금까지 도 2a에 설명된 방법은 단순히 분류기 (124)에 의해 선택된 단일 입자 분류, 즉 단일 입자 종류에 대하여 1차 입자 크기 a 및/또는 형상 인자 k 및/또는 기타 형태학적 파라미터가 측정되는, 정적인 방법을 나타낸다. 도 2b에서는, 이와 같은 방법이 상이한 종류가 차례로 선택되고, 그에 따라 1차 입자 크기 a 가 측정되는 것에 의해 확장된다. 이는 도 2b에 설명되어 있는 방법 변이가 스캔 방법이라는 것을 의미한다.
- [0126] 도 2a에서 상기한 방법에 따라, 각 종류에 대하여 1차 입자 크기 a 가 측정된다. 이와 같은 방식으로, 예를 들면 1차 입자 크기 a 로부터 유도되는 표적 변수 X 의 분포를 측정하는 것이 가능하다. 이의 예는 수 분포, 표면 분포, 부피 분포, 질량 및/또는 질량 분포, 또는 느슨한 구조를 가지는 응집 입자의 형상 인자일 수 있다.
- [0127] 도 5 및 6은 1차 입자 크기 a 로부터 유도되며, 이상화된 구체 형상을 가정하는 이동성 직경 d_m 보다 더 우수하게 응집된 입자 (318) (도 3a의 부분도 310 내지 314 참조)의 실제 형상을 기술하는 그와 같은 표적 변수 분포가 통상적인 측정 방법으로부터의 상당한 편차로 이어질 수 있음을 보여준다. 예를 들면, 도 5에서는 표적 변수 X 또는 표적 변수 분포의 예로서 에어로졸의 표면 분포 (여기에서는 다시 소결된 은 입자가 모델 시스템으로서 사용되었음)가 플로팅된다. 매 경우에 대하여, 미분형 표면적 분획 dA 나누기 입자 크기의 종류 폭 대수 $d\log dp$ 가 도시되어 있다. 여기에서 곡선 (510)은 그 측정이 구체라는 가정을 기반으로 하는 분포를 나타낸다. 반면, 곡선 (512)는 실제 1차 입자 크기 a 를 측정하는 데에 상기한 방법이 사용되고, 상기 1차 입자 크기 a 로부터 표면적이 추론된 분포 측정 결과를 나타낸다. 상기 분포 (512)는 특히 최대치의 영역에서 통상적인 방식으로 측정되었던 분포 (510)을 크게 초과한다는 것을 분명히 알 수 있다. 그러나 상기에 설명된 바와 같이, 표면적이 예를 들면 응집체의 독성학적 특성에 결정적인 영향을 미칠 수 있기 때문에, 이와 같은 차이는 예를 들면 입자 전체의 독성학적 평가 및 범주화에 상당한 효과를 가질 수 있다. 동일한 것이 예를 들면 화학적 반응성, 환경 오염, 공정 특성 등과 같이 표면적과 관련된 입자 전체의 다른 특성에도 적용된다. 따라서, 입자 전체의 더욱 실제적인 평가는 자연 과학, 기술 및 의학의 많은 분야에서 상당한 장점을 부여한다.
- [0128] 도 5와 유사하게, 도 6에는 추가적으로 가능한 표적 변수 분포로서 부피 분포가 플로팅되어 있다. 역시 실온에서 소결되었으며, 6.9 nm의 1차 입자 크기 a 를 가지는 은 입자가 사용되었다. 여기에서는, 미분 부피 분획 dV 로 주어진 입자의 부피 분포 나누기 입자 크기의 종류 폭 대수 $d\log dp$ 가 플로팅된다. 여기에서도 곡선 (510)과 유사하게, 곡선 (610)은 구체를 가정하여 기반으로 하는 분포를 지칭하는 반면, 곡선 (612)는 1차 입자 크기 a 를 가지는 응집체를 기반으로 한 분포를 특성화한다.
- [0129] 이와 같은 경우, 더 실제적인 모델과 단순화된 구체의 가정 사이의 차이는 도 5에 따른 표면 분포의 경우에서에 비해 한층 더 강한 효과를 가지는데, 부피 분포의 경우 구체 단순화에 의해 생성되는 오차가 3제곱으로 분포에 포함되기 때문이다. 응집체를 가정한 기반의 분포 (612)가 구체를 가정한 기반의 분포 (610)의 아래에 있음을 분명히 볼 수 있다. 이는 도 3a의 부분도 310 내지 314와 관련하여, 동일한 질량에서는, 느슨한 응집체가 상당히 더 낮은 이동성을 가진다거나, 또는 부분도에 도시되어 있는 바와 같이, 동일한 이동성에서 더 낮은 질량을 가진다는 사실에 의해, 예시적으로 설명될 수 있다. 질량 분포의 더욱 실제적인 측정에서의 진전도 입자 특성

또는 입자 전체의 특성을 예상하는 데에 상당한 효과를 가질 수 있다.

[0130]

도 2a 및 2b에 도시된 방법에서는, 먼저 예를 들면 도 3b의 보정 곡선 (320) 내지 (324)를 사용하거나, 또 다른 공지의 관계를 사용하여 특정 입자 종류, 즉 사전특정된 이동성 d_m 을 가지는 입자 분획에 대하여 형태학적 파라미터 (예를 들면 형태학적 종류, 또는 예컨대 본 경우에서와 같은 1차 입자 크기 a)가 정적으로 측정된다. 이어서, 도 2b에 도시되어 있는 스캔이 수행된다. 하지만, 이것이 반드시 해당 경우가 되어야 하는 것은 아니다. 예를 들면, 많은 수의 이동성 d_m 에 대하여 전하 Q (또는 전류), 수 N 및 임의로 이들로부터의 감도 S 가 측정되는 스캔이 먼저 수행되는 것 역시 가능하다. 이후, 이동성 d_m 의 함수로서의 변수 Q , N 및 S 의 플롯에 적합도 함수를 피팅함으로써 형태학적 파라미터를 측정하는 것이 가능하다. 그와 같은 방법 변이의 일 예가 도 4b에 도시되어 있다. 도 3b와 유사하게, 여기에서도 감도 S 는 역시 이동성 d_m 의 함수로서 플로팅된다. 여기에서 측정점은 스캔 동안 확인된 측정 값들을 나타낸다. 적합도 함수 (410)은 이러한 측정 값들에 피팅되었으며, 상기 적합도 함수 (410)은 1차 입자 크기 a 를 사용하여 파라미터화된다. 상기 적합도 함수는 예를 들면 이동성 d_m 에 대한 감도 S 의 선형 의존성, 지수 또는 2차의 관계 또는 1차 입자 크기 a 를 측정하기 위하여 측정 결과에 피팅되는 기타 경험적, 준-경험적 또는 이론적으로 확인된 관계를 가질 수 있다. 따라서 스캔의 결과로서, 역시 상기 적합도 함수 (410)으로부터 1차 입자 크기 a 를 계산하는 것이 가능하다. 예를 들어 본 경우에서는, 일차 입자 크기가 6.88 nm로 측정되었다.

[0131]

도 4a에는, 오프-라인 방법을 사용한 1차 입자 크기 측정의 결과가 비교용으로 도시되어 있다. 이와 같은 오프-라인 방법은 예를 들면 도 3a의 부분도 310 내지 314와 유사하게, 화상화 방법을 사용하여 수득된 결과의 예컨대 컴퓨터-지원 평가를 포함할 수 있다. 여기에서는 매 경우마다, 광학적으로 계수된 특정 크기의 1차 입자의 수가 1차 입자 직경 $2a$ 의 함수로서 플로팅된다. 여기에서는 223 점의 평가가 6.9 nm의 평균 값으로 귀결되었는데, 이는 도 4b에 따른 적합도 함수를 피팅하는 것에 의해 확인된 6.88 nm의 값과 잘 들어맞는다. 따라서, 이와 같은 방법은 1차 입자 크기 및 임의로 그로부터 유도되는 표적 변수들을 측정하는 데에 우수하게 활용될 수 있다.

부호의 설명

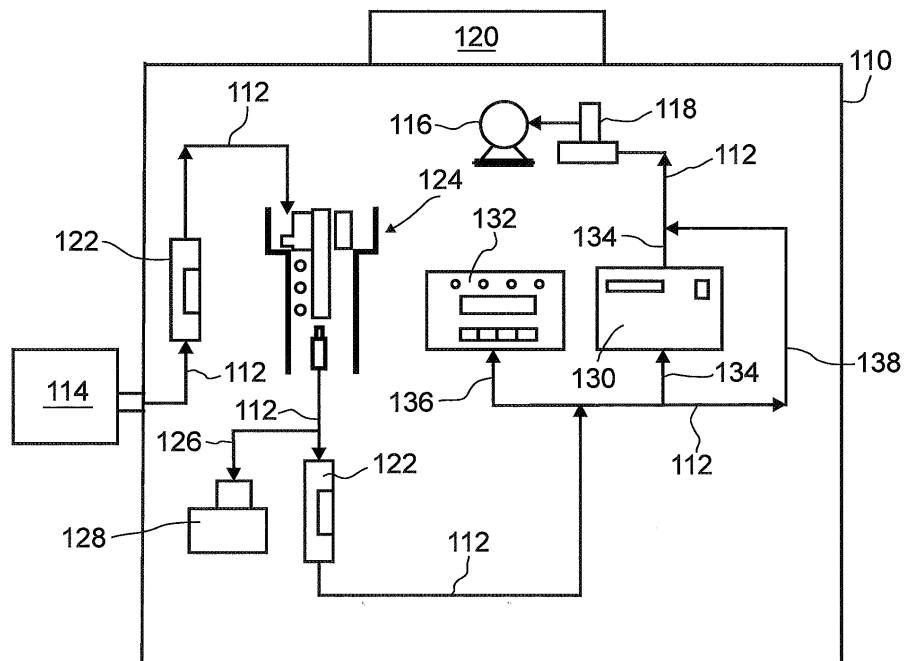
[0132]

- 110 입자 전체를 특성화하기 위한 장치
- 112 라인 시스템
- 114 에어로졸 유입구
- 116 펌프
- 118 질량 흐름 조절장치
- 120 조절장치
- 122 하전 상태 생성기
- 124 분류기
- 126 부분 라인
- 128 샘플 채취기
- 130 계수기
- 132 전하 측정 시스템
- 134 제1 분지
- 136 제2 분지
- 138 우회 라인
- 210 분류 단계
- 212 계수 단계

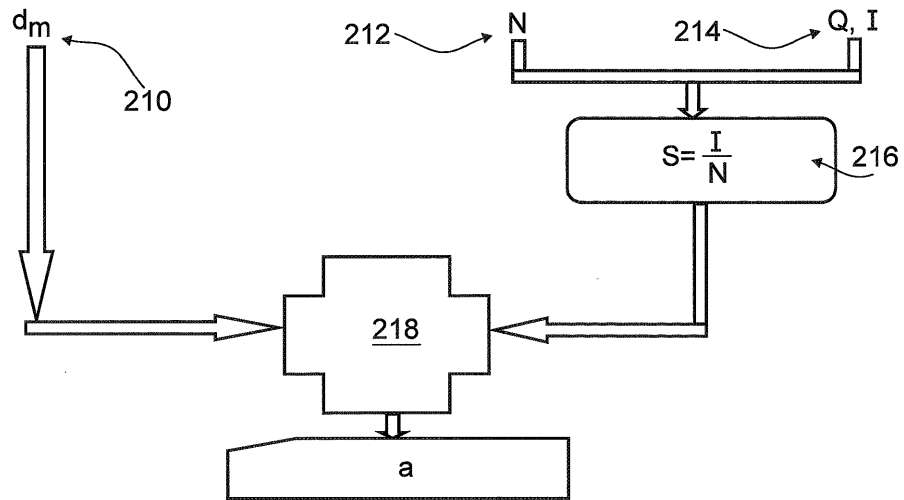
- 214 전하 측정 단계
- 216 감도의 검출
- 218 평가 단계
- 310 20 ℃의 소결 온도를 사용한 응집체 화상
- 312 200 ℃의 소결 온도를 사용한 응집체 화상
- 314 600 ℃의 소결 온도를 사용한 응집체 화상
- 316 1차 입자
- 318 입자
- 320 20 ℃의 소결 온도에 대한 보정 곡선
- 322 200 ℃의 소결 온도에 대한 보정 곡선
- 324 600 ℃의 소결 온도에 대한 보정 곡선
- 410 적합도 함수
- 510 구체 기반의 분포
- 512 응집체 기반의 분포
- 610 구체 기반의 분포
- 612 응집체 기반의 분포

도면

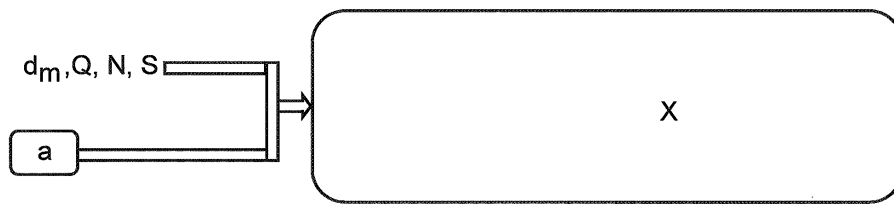
도면1



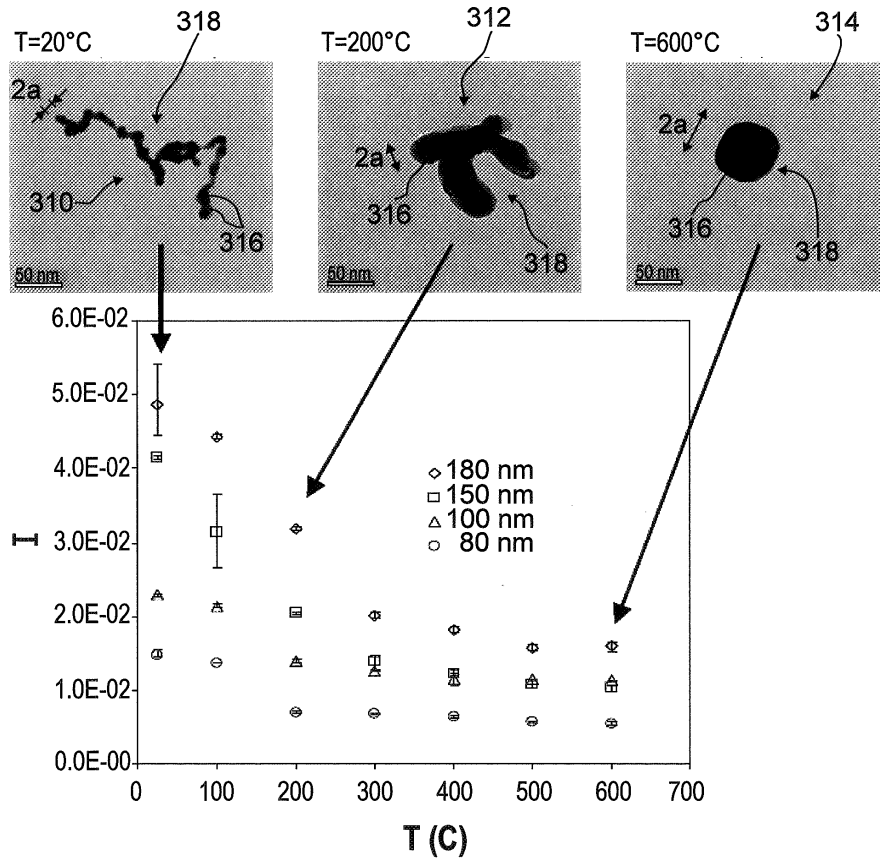
도면2a



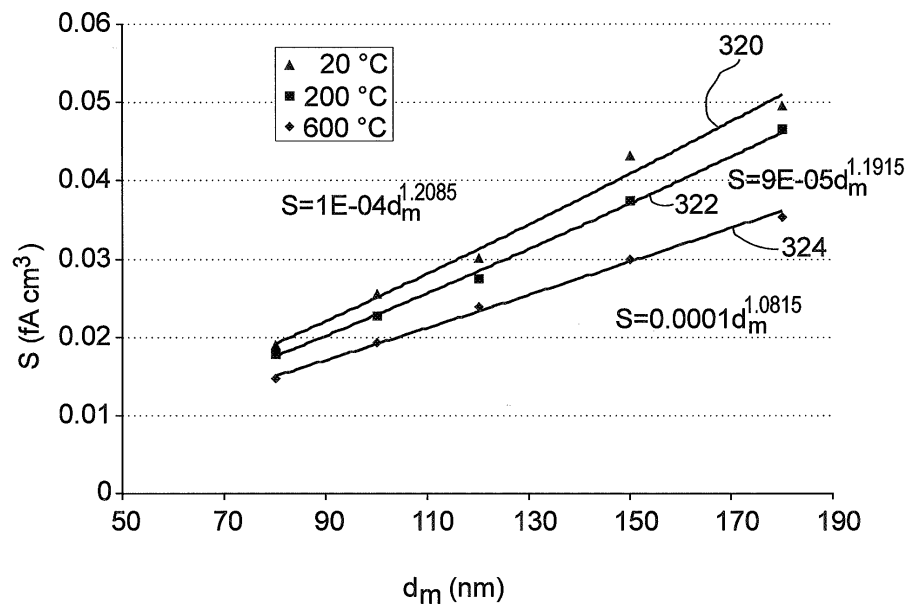
도면2b



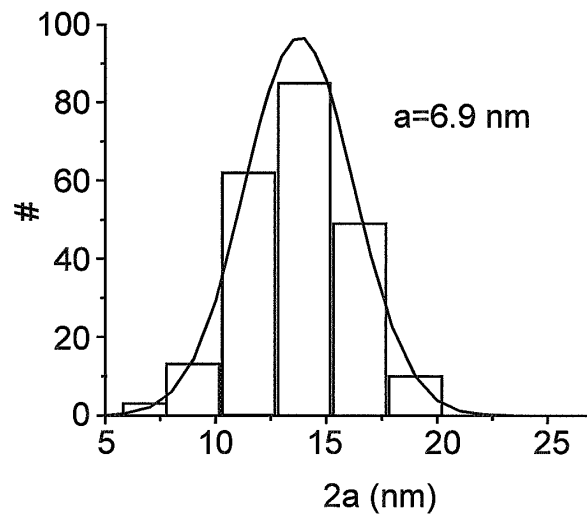
도면3a



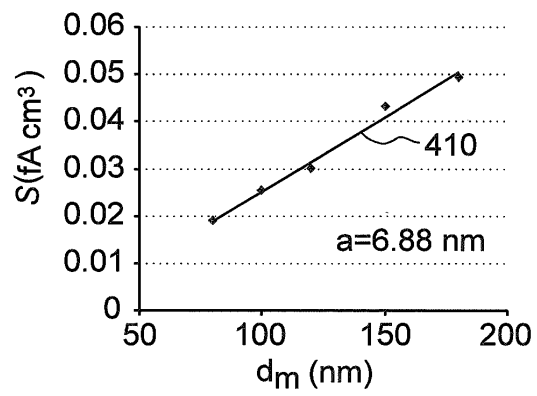
도면3b



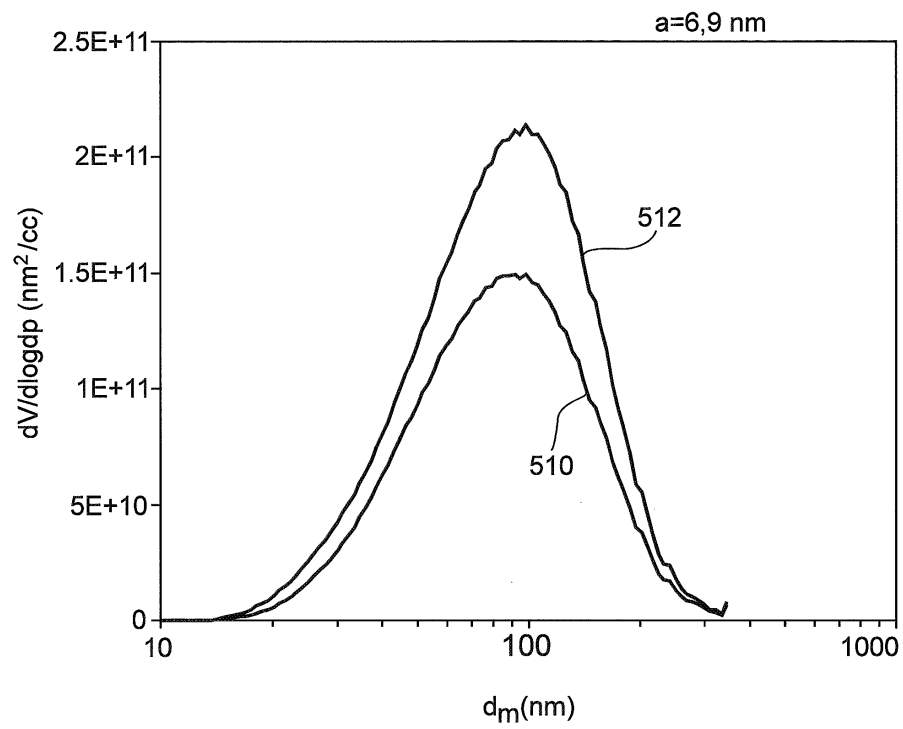
도면4a



도면4b



도면5



도면6

