



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년10월28일
 (11) 등록번호 10-1455246
 (24) 등록일자 2014년10월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 G01N 33/18 (2006.01) G01N 31/12 (2006.01)
 G01N 21/00 (2014.01)
 (21) 출원번호 10-2009-7017956
 (22) 출원일자(국제) 2008년01월29일
 심사청구일자 2013년01월29일
 (85) 번역문제출일자 2009년08월28일
 (65) 공개번호 10-2009-0127879
 (43) 공개일자 2009년12월14일
 (86) 국제출원번호 PCT/EP2008/051064
 (87) 국제공개번호 WO 2008/092869
 국제공개일자 2008년08월07일
 (30) 우선권주장
 10 2007 004 339.4 2007년01월29일 독일(DE)
 (56) 선행기술조사문헌
 US05702954 A*
 WO2005064329 A1*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 라 프로세스 아날라이저스 아게
 독일 12057 베를린 노이켈른니체 알리 134
 아츠 베르너
 독일 10825 베를린 베르히테스가테너 스트라쎄 18
 (72) 발명자
 겐데 볼프강
 독일 14059 베를린 가르테스 두 코어 스트라쎄 14
 (74) 대리인
 석혜선, 김용인

전체 청구항 수 : 총 19 항

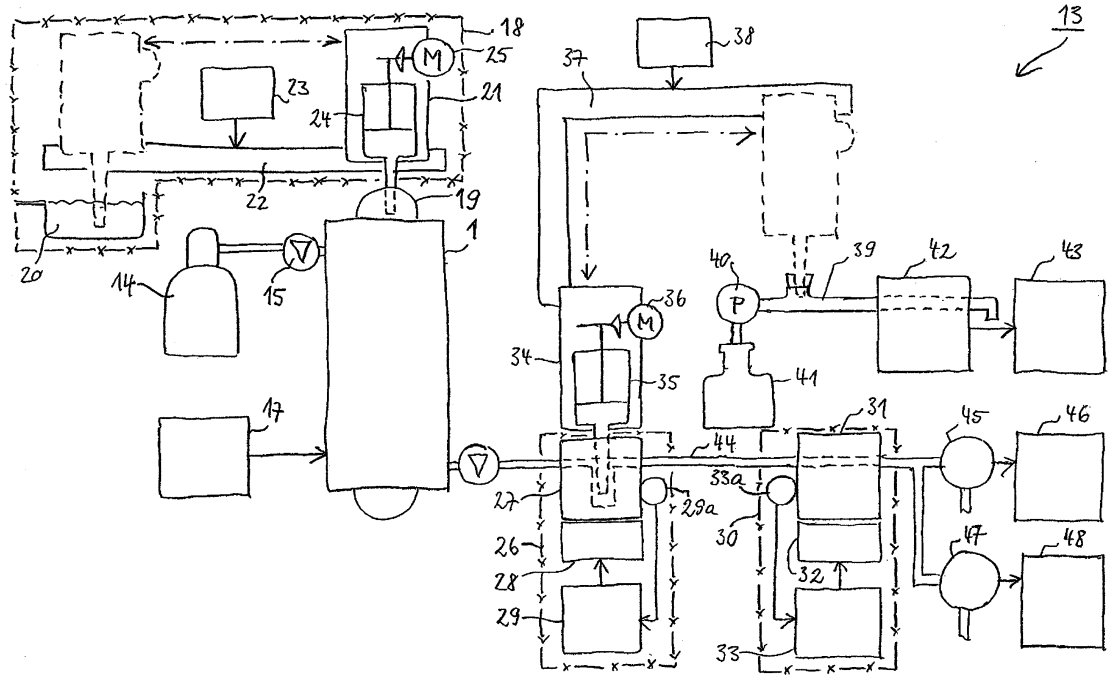
심사관 : 김도현

(54) 발명의 명칭 수성 샘플의 인 함량 측정 방법 및 장치

(57) 요약

본 발명은 수성 샘플, 특히 오수 샘플의 인 함량 측정방법으로서, 샘플은 열-산화 분해되기 쉽고 수성 분석 용액에서 분해된 샘플의 오르쏘 인산염 함량은 광도측정으로 측정되고, 열 분해는 연소 오븐에서 배치-분해로서 샘플의 촉매-제거 연소에 의해 단일 단계로 수행되며, 결과로 얻은 연소 기체는 운반 기체 흐름에서 연소 오븐으로부터 제거되며 연소/운반 기체의 흐름은 냉각되어 응축물로서 수성 분석 용액을 얻는다.

대표도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

수성 샘플의 인 함량 측정방법으로서, 샘플은 열-산화 분해되기 쉽고 수성 분석 용액에서 분해된 샘플의 오르쏘 인산염 함량은 광도측정으로 측정되고,

열 분해는 연소 오븐에서 배치-분해로서 샘플의 비축매 연소에 의해 단일 단계로 수행되며, 결과로 얻은 연소 기체는 운반 기체 흐름에서 연소 오븐으로부터 제거되며 연소 기체 및 운반 기체의 흐름은 냉각되어 응축물로서 수성 분석 용액을 얻는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

샘플의 탄소, 질소 또는 이들 모두의 함량을 측정하기 위해서 냉각 연소 기체 및 운반 기체 흐름이 이를 위해 설계된 CO₂ 탐지기, NO 탐지기 또는 이들 모두로 인도되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

수성 분석 샘플에 대한 인 함량의 측정 및 연소 기체 및 운반 기체 흐름으로부터 탄소, 질소 또는 이들 모두의 함량의 측정은 서로 다른 분해된 샘플들로 독립적으로 수행되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정방법.

청구항 4

제 2 항에 있어서,

수성 분석 샘플에 대한 인 함량의 측정 및 연소 기체 및 운반 기체 흐름으로부터 탄소, 질소 또는 이들 모두의 함량의 측정은 동일한 분해된 샘플들로 함께 수행되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

응축물은 냉각 트랩에서 수집되고 특정량은 광도 탐지를 위해 냉각 트랩에서 추출되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정방법.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

냉각 트랩으로부터 응축물의 추출 및 탐지 위치로 운반은 주사기에 의해 수행되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

수성 분석 용액을 형성하기 위해, 색 변화를 확인하기 위한 액체 시약과 추출된 응축물의 혼합은 주사기 내에서 수행되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서,

수성 분석 샘플은 플로우-스루 큐벳 또는 광도 탐지를 위한 다른 탐지 장치로 운반되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서,

연소 기체 및 운반 기체 흐름은 펠티에 냉각기에 의해 소정의 온도로 냉각되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정방법.

청구항 10

제 1 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 있어서,

연소 기체 및 운반 기체 흐름은 두 단계로 냉각되어, 제 1 단계에서 응축물이 얻어지며 제 2 단계에서 0℃로 냉각되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정방법.

청구항 11

수성 샘플의 인 함량 측정장치로서, 샘플은 열-산화 분해되기 쉽고 수성 분석 용액에서 분해된 샘플의 오르쏘인산염 함량은 광도측정으로 측정되고,

운반 기체 입구, 샘플 입구 및 연소 기체 및 운반 기체 출구를 구비한 연소 오븐으로 설계된 열 반응기,

연소 오븐의 상부에 연결된 운반 기체 소스,

연소 기체 및 운반 기체 흐름으로부터 응축물을 분리하기 위해, 연소 오븐의 하부에 연결된 기체-액체 분리기,

냉각 트랩으로부터 응축물을 추출하고 탐지 위치로 운반하기 위한 응축물-운반 장치 및

광도 인-탐지 장치를 구비한 인 함량 측정장치.

청구항 12

제 11 항에 있어서,

기체 냉각기는 2개의 냉각대를 포함하여, 냉각 트랩이 제 1 냉각대와 결합되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정장치.

청구항 13

제 11 항에 있어서,

기체 냉각기 또는 적어도 하나의 냉각대는 전기적으로 T-제어가 가능한 펠티에 냉각기로서 조립되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정장치.

청구항 14

제 11 항에 있어서,

응축물-운반 장치는 통합-제어되거나 또는 스텝핑 모터에 의해 구동되거나 또는 이들 모두에 의한 주사기를 포함하는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정장치.

청구항 15

제 14 항에 있어서,

냉각 트랩은 상부로부터 접근가능한 응축물 저장소를 포함하고 응축물-운반 장치는 주사기가 상부로부터 응축물 저장소로 삽입되도록 설계되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정장치.

청구항 16

제 11 항에 있어서,

연소 오븐은 밀폐된 수직 오븐으로 설계되어, 운반 기체 입구 및 샘플 입구는 상부 지역에 배치되고 연소 기체 및 운반 기체를 위한 출구는 오븐의 하부 지역에 배치되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정장치.

청구항 17

제 11 항에 있어서,

연소 오븐의 샘플 입구는 통합-제어되거나 또는 스텝핑 모터에 의해 구동되거나 또는 이들 모두에 의한 주사기를 포함하는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정장치.

청구항 18

제 11 항에 있어서,

광도 인-탐지 장치는 주사기에 의해 충전되도록 설계된 측정 큐벳을 포함하는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정장치.

청구항 19

제 11 항 내지 제 18 항 중 어느 한 항에 있어서,

CO₂ 탐지기, NO 탐지기, 또는 이들 모두는 질소 함량, 탄소 함량, 또는 두 함량 모두를 측정하기 위해 기체 냉각기의 기체 출구에 배치되는 것을 특징으로 하는 인 함량 측정장치.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 청구항 1에 따른 수성 샘플의 인 함량 측정 방법 및 이 방법을 수행하기 위한 장치에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 물속에 함유된 특정 물질들의 양을 측정하는 공지된 방식 - 물 및 특히 유기 물질, 질소 화합물 및/또는 할로젠 화합물로 오염된 하수의 품질 - 은 산소가 풍부한 수송 기체(운반 기체)를 포함하는 분위기에서 샘플을 증발시키고 태우고, 연소에 의해 얻은 기체 혼합물을 이산화탄소, 질소 산화물 등의 존재를 입증하는데 적절한 탐지기로 전달하는 것이다.

[0003] 탐지기들로서 다음(다른 것들 중)이 효과적인 것으로 입증되었다: 탄소 함량을 위한 적외선 탐지기, 질소 함량을 위한 특별 화학발광 탐지기 또는 전기 화학적 센서, 및 소위 할로젠화물 함량을 위한 소위 전해식 탐지기.

[0004] 물 샘플의 연소를 기초로 한 탐지 방법들은 유기 물질들의, 소위 TOC(전체 유기 탄소)의 샘플 함량을 측정하는데 널리 사용되어 왔다. 이를 위해서 운반 기체를 가진 소량의 물은 통상적으로 저항 가열에 의해 소정 온도로 가열된 오븐에 놓인다; 여기서 수송 기체를 가진 소량의 물은 거의 즉시 증발되고 연소되고, 결과로 얻은 기체는 물 샘플의 C 함량을 나타내는 CO₂ 함량을 알려주는 NDIR-CO₂ 탐지기로 보내진다. 본 발명의 더욱 발전된 실시예 및 상응하는 장치는 DE 43 44 441 C2에 개시된다. 매우 낮은 TOC 값 - 예를 들어 의료용의 매우 깨끗한 물 또는 매우 순수한 용액 - 을 측정하기 위한 변형된 장치는 EP 0 684 471 A2에 개시된다.

[0005] 이런 종류의 다른 발전된 방법 및 적절하게 설계된 반응기 또는 완전한 장치들은 EP 0 887 643 B1 및 EP 1 055 927 B1에서 출원인에 의해 제안되었다.

[0006] 물에 함유된 상기한 물질들 이외에, 인은 존재하는 양에 따라, 하수의 품질과 이런 물을 처리하는데 필요한 기술들에 크게 영향을 미칠 수 있는 화학 요소이고; 따라서, 오랫동안 인의 정량적 측정에 대해 주의가 증가하였다. 물 함량과 달리, 탄소, 질소 및 할로젠화물, 인은 기체 매질(연소 기체 + 운반 기체)에서 오랫동안 정량적으로 입증하지 못했다. 대신에, 이 목적을 위해 효과적인 것으로 입증된 탐지 방법들은 수용액으로 수행된다. 이런 방법들은 특별한 시약이 첨가된 수성 샘플의 색 변화를 사용한다; 이들은 "블루 방법" 또는 "옐로우 방법"으로 공지되어 있으며 상응하는 표준기술에서 상술된다(cf., 예를 들어, www. tww.com/media).

[0007] 한편 인은 세 부분, 즉, (1) 오르쏘 인산염에 용해된 무기, (2) 용해된 유기인 화합물 및 (3) 바이오매스에 결합되거나 입자들에 부착된 미립자 인에서 천연수에서 발생하는 반면에, 공지된 입증 방법들은 오르쏘 인산염 함량의 측정을 기초로 한다. 수성 샘플의 전체 인 함량을 측정하기 위해서, 이들을 광학적으로 탐지가능한 오르쏘 인산염으로 변환시킴으로써 (2) 및 (3) 부분의 측정이 필요하다.

[0008] 이런 변환을 위해서, 방법은 산성 매질에서 화학물질을 첨가하며, 일부 경우 압력을 증가시키고 온도를 올리며 산화를 사용하는 방법이 오래 알려져 왔다; 비교, 예를 들어 JP 2004093509 A. 유기 물질(예를 들어, 오일)에서

인 함량을 측정하는 공지된 수단은 이 물질과 알칼리 용액을 혼합하고 밀폐된 반응 용기에서 산소 분위기하에서 연소하는 것이다; 비교, JP 62003643 A.

- [0009] 특허 US 5702954는 식물 또는 동물 인산염-함유 샘플의 분석을 위해 여러 단계 절차를 개시하며, 환원 수단(예를 들어, 수소)의 존재하에서 연소 뒤이어 주위 온도에서 다른 반응 용기에서 오존으로 변환하는 것을 포함한다. US 2003/0032194 A1은 또한 주로 질소 및 황, 그러나 이런 원소들을 함유하는 샘플에서 인을 탐지하기 위해 개발된 여러 단계 산화 방법을 개시한다. 특별 촉매제 또는 오존을 사용하는 열 분해 방법은, 예를 들어, JP 59154358 또는 JP 61140836 A로부터 공지된다.
- [0010] 다양한 다른 공지된 방법은 UV 조사하에서, 특히 광-산화 촉매의 존재하에서 샘플의 광-산화성 분해를 사용한다. 이런 종류의 방법은 EP0 634 646 B1 또는 JP 07027706 A에 개시된다.

발명의 상세한 설명

- [0011] 본 발명의 목적은 수성 샘플에서 인의 양을 측정하기 위한 개선된 방법과 개선된 장치를 제공하는 것이며, 복잡하지 않은 기술과 덜 소비되는 물질을 사용하는 샘플들의 분석을 허용하여, 더욱 경제적이고 실제로 쉽게 실행될 수 있다.
- [0012] 본 발명의 목적은 청구항 1에 개시된 특징을 가진 방법에 의한 방법적 태양 및 청구항 11에 개시된 특징을 가진 장치에 의한 설비로 수행된다. 본 발명의 기초를 이루는 계획의 바람직한 다른 발전은 종속항에 제공된다.
- [0013] 본 발명은 연소 오븐(즉, 산소의 존재하에서) 샘플을 연소함으로써, 단일 단계 및 촉매제 없이 샘플의 분해 - 즉, 다양한 인 부분을 광도측정으로 나타낼 수 있는 오르쏘 인산염으로 변환 - 를 수행하는 실질적이고 놀라운 계획을 포함한다. 이 연소는 배치-분해, 즉, 소정의 소량의 샘플을 주사 공정에서 (밀폐된) 오븐 속에 주입함으로써 수행된다.
- [0014] 게다가, 본 발명은 분석을 위해 필요한 수용액을 얻기 위해서, 운반 기체의 흐름 내에서 연소 오븐으로부터 생산된 연소를 유도하고 이 기체 흐름을 냉각하는 계획을 포함하며, 이런 방식으로 기체 흐름으로부터 분리된 응축물은 오르쏘 인산염 형태의 샘플의 전체 인 함량을 필수적으로 함유한다.
- [0015] 본 발명은 간단하고 처음부터 쉽게 제어할 수 있는 방법의 상당한 이점을 제공하며, 적은 수와 양의 소모품(사용된 화학 물질)으로 수행되며, 작업 및 환경-보호 태양에 관해 유익한 것으로 분류할 수 있다.
- [0016] 본 방법의 한 유익한 실시예에서, 분해된 샘플은 인 함량을 측정하는 것뿐만 아니라 다른 물질들, 특히 탄소 및 /또는 질소의 함량을 결정하는데 사용된다. 이를 위해서, 각 경우에 적절한 탐지기, 즉, 주로 탄소를 측정하기 위해 제조된 CO₂ 탐지기(NDIR 탐지기), 및 질소를 측정하기 위한 통상적인 NO 탐지기(화학발광 탐지기 또는 전기화학적 센서)로 보내진다. 본 발명에서 사용된 연소-운반 기체 흐름은 분석을 위해 사용가능한 수용액을 만들기 위해 응축물로부터 추출한 것과 같을 수 있다. 그러나, 이 방법을 수행하기 위한 다른 예로서, 한편 인을 측정하기 위해 다른 한편으로 C/N을 결정하기 위해서, 다양한 샘플과 관련된 분해 절차가 제공될 수 있다. 특별한 수행방법은 연속적으로 열 분해된 측정 샘플을 위해 P 및 C/N 측정을 교대로 하는 것을 포함할 수 있다.
- [0017] 본 발명의 다른 실시예에서, 응축물은 냉각 트랩으로부터 수집될 수 있고, 냉각 트랩으로부터 특정량이 광도 탐지를 위해 추출된다. 적은 샘플량의 조작을 위해 특히 적합한 특히 변할 수 있는 설계는 냉각 트랩으로부터 응축물을 추출하게 하고 탐지 위치로의 이의 운반은 질소 주사기, 특히 통합-제어 및/또는 모터-작동되는 것에 의해 수행될 수 있다.
- [0018] 주사기를 사용하면 추출된 응축물이 광도 탐지를 위해 결합되어야 하는 화학물질과 혼합되게 할 수 있는 장점이 추가되며, 시약은 응축물 이후 및 필요한 경우, 피스톤의 다중 작용에 의해 응축물과 혼합된 후 주사기 속으로 당겨진다. 수성 분석액은 공지된 분석 절차 중 하나를 실행하기 위해 플로우-스루 큐벳(flow-through cuvette)으로 운반되는 것이 유익하다. 선택적으로, 응축물은 시약의 흐름 속에 주입될 수 있다.
- [0019] 연소/운반 기체 흐름을 냉각하는 중요한 단계는 정확하게 및 간단한 전기 제어하에서 펠티에 냉각기에 의해 수행될 수 있다. 또한, 연소/운반 기체 흐름은 2 단계로 냉각되며, 이의 첫 단계에서 응축물이 얻어지며 제 2 단계에서 거의 0°C(대략 2-4°C)로 냉각된다.
- [0020] 장치에 관해서, 본 발명은 통상적으로 제조된 연소 오븐으로부터의 하부에, 연소/운반 기체 흐름으로부터 응축물을 분리하기 위한 냉각 트랩을 구비한 기체 냉각기뿐만 아니라 트랩으로부터 응축물을 추출하고 P-탐지 위치(광도 탐지 장치)로 운반하기 위한 수단을 제공하는 실질적인 계획을 포함한다. 이 계획으로부터 이 연소 오븐

에 운반 기체와 샘플을 사용할 수 있게 하고 주입하기 위한 적절한 수단뿐만 아니라 오븐 출구와 기체 냉각기 사이에 연결부가 제공되며 장치는 마지막으로 광도 인-탐지 장치(photometric phosphorus detecton unit)를 포함하는 것이 일어난다.

- [0021] 이 장치의 유익한 실시예에서 기체 냉각기는 2개의 냉각대를 포함하여, 냉각 트랩은 제 1 냉각 단계와 결합된다. 장치는 한 실시예에서 매우 간단하고 제어하고 다루기 쉬워서, 기체 냉각기 및/또는 적어도 하나의 냉각대는 전기적으로 T-제어가 가능한 펠티에 냉각기로서 실행된다.
- [0022] 응축물-운반 장치의 유익한 실시예는 통합-제어 및/또는 스텝핑 모터-구동 주사기를 포함하는 것을 특징으로 한다. 이런 경우 냉각 트랩 및 응축물-운반 장치는 서로 유익하게 적합하여 주사기는 위로부터 응축물 저장소(물론 위로부터 접근가능) 속으로 담긴다. 샘플은 동일한 방식, 즉, 위로부터 물 또는 오수 샘플을 주사하는 주사기 장치에 의해 연소 오븐으로 주입될 수 있다.
- [0023] 또한, 본 발명의 실시예에서, 연소 오븐은 밀폐된 수직 오븐으로 설계되어, 운반 기체 및 샘플은 오븐의 상부지역으로부터 주입되고 연소/운반 기체를 제거하기 위한 도관은 오븐의 하부지역에 배치된다. 이런 밀봉성은 샘플과 운반 기체를 주입하기 위한 도관뿐만 아니라 기체 제거를 위한 도관에서 적절한 밸브의 피스톤에 의해 확보된다.
- [0024] 본 발명의 다른 실시예에서, 제안된 장치는, 인 함량을 측정하기 위한 수단 이외에, 탄소 함량을 측정하기 위한 CO₂ 탐지기 및/또는 질소 함량을 측정하기 위한 NO 탐지기를 포함하며, 이의 각각은 기체 냉각기의 기체 출구에 배치된다.
- [0025] 본 발명의 다른 장점 및 유익한 특징은 예시적 실시예 및 도면을 참조한 실시예들의 실질적인 태양의 다음 설명으로부터 명백해 질 것이다.

실시예

- [0029] 도 1은 본 발명에 따른 방법을 실행하는데 적합한 실시예에서 샘플-연소 오븐(1)의 가장 중요 부분을 통과한 개략적 단면도를 도시하며, 이 속에 상당히 신장된 원통 세라믹 반응 용기(2)(이의 외부선은 점선으로 도면에 나타내어짐)가 설정될 수 있다. 반응 용기는 이의 하부 말단(오븐의 차가운 말단)에 6 내지 10mm 사이의 지름을 가진 관 모양 출구를 가지며, 염 증착물을 제거하기 위해 아래로부터 쉽게 세척된다.
- [0030] 오븐(1)은 본 실시예에 따라 800℃의 최대 온도에 도달하는 제 1 상부 가열 지역(3) 및 최대 온도가 1250℃인 제 2 하부 가열 지역(4)을 포함한다. 두 개의 가열 지역은 특수 고온 저항 합금, 칸탈-피브로탈[®] 물질로 제조된 속 빈 원통 형태로 반응 용기(2)의 각 부분 주위에 배치된 열선(5)에 의해 가열된다. 상부 및 하부 가열 지역은 다른 최대 온도 때문에 두께가 차이가 나는 세라믹-섬유 절연체(7 및 8)를 포함하고; 풋(foot) 영역, 즉, 가열 지역 사이의 영역(10a, 10b) 및 알루미늄 커버(12) 아래의 영역(11a, 11b)은 세라믹 섬유로 절연된다. 샘플을 대전하고 운반 기체를 공급하기 위한 장치(도면에 도시되지 않음)가 커버(12) 위 영역에 제공된다.
- [0031] 도 1 및 상기에 개시된 오븐 구조는 특히 제 2 하부 가열 지역(4)에서 발생된 고온의 장기간 생산을 가능하게 하는 반면 특수 절연은 허용가능한 에너지 소비에 영향을 주고 환경에 대한 잠재적 위험을 제거한다.
- [0032] 이 연소 오븐에 주입된 수성 샘플은 1200℃, 바람직하게는 약 1250℃에서 촉매-제거 연소에 의해 분해되며, 본 발명자가 확인한 대로, 이를 포함하는 다양한 인 부분은 오르쏘 인산염으로 모두 변환되어서 공지된 표준 분해 방법(특히 블루 및 옐로우 방법)에 의한 입증을 위해 이용하기 쉽게 된다.
- [0033] 도 2는 대체로 사용할 오수 또는 물에 포함된 다양한 물질을 측정하기 위한 측정 장치(13)의 전체 구조를 도시한다. 이 장치(13)의 주요 구성요소로서, 도 1에 도시되고 상기한 연소 오븐(1)이 도시되고; 그러나, 선택적으로, 다른 형태의 연소 오븐(복사 가열에 의함)이 이 위치를 차지할 수 있다. 보다 명확하게 하기 위해서, 측정 장치의 교정 및 세정을 위해 작용할 수 있는 본 발명에 필수적이지 않은 부분은 개략도로부터 생략되었다.
- [0034] 마찬가지로 샘플 분해 및 측정 공정을 포함하는 일의 전체 순서를 제어하고, 이를 위해 이 장치에서 주요 봉쇄, 운반, 가열 및 분해 장치에 연결되는 제어 장치(제어기)가 도시되지 않는다. 본 발명에 제공된 절차적 설명 및 아래 설명된 장치의 구조를 기초로 한 이런 제어 장치의 실행 및 작동은 당업자에게 자명하다.
- [0035] 입구면 상에, 측정 장치(13)에서 핵심 물품으로서, 연소 오븐(1)과 결합되며 측정 방법을 위해 운반 기체를 제공하는 운반-기체 저장 용기(14)가 있으며 여기에 입력-밸브 장치(15)가 부착된다. 또한, 오븐은 오븐의 전기

가열을 제어하는 가열 제어 장치(17) 및 오븐의 샘플-주입 밸브(19) 속에 샘플을 공급하는 샘플-공급 장치(18)를 구비한다.

- [0036] 샘플-공급 장치(18)는 정화 시설의 입구에 배치될 수 있는 샘플 저장소(20), 배수관(22) 상에 이동가능하게 장착된 주입 장치(21) 및 관련 운반 제어기(23)를 포함한다. 주사 장치(21)는 투여 주사기(24) 및 주사기의 작동을 정확하게 제어하여 소정의 샘플 부피를 투여할 수 있는 스텝핑 모터(25)를 포함한다.
- [0037] 오븐(1)의 출구에, 냉각 트랩 장치(27), 펠티에 냉각기(28) 및 냉각 트랩 장치(27)에 또는 내에 T-센서(29a)를 구비한 관련 온도 제어기(29)를 포함하는 제 1 냉각대(26)가 배치된다. 제 1 냉각대(26)로부터 하부는 관련 펠티에 냉각기(32)를 구비한 냉각 블럭(31) 및 펠티에 냉각기를 제어하기 위한, T-센서(33a)를 구비한 온도-제어 장치(33)를 포함하는 제 2 냉각대(30)이다.
- [0038] 제 1 냉각대(26)에 연소 오븐(1)에 공급하기 위한 주사 장치(21)와 유사한 다른 주사 장치(34)가 배치되며, 정확하게 제어된 작동을 위해 스텝핑 모터(36)를 구비한 주사기(25)를 포함한다. 또한, 이 주사 장치(34)는 운반 배수관(37) 상에 장착되며, 주사 장치를 제 2 작동위치로 운반하기 위한 운반-제어 장치(38)와 결합된다. 운반 배수관은 상기한 플로우-스루 큐벳(39)이고, 주사기(35)의 바늘은 냉각 트랩(27) 속에 삽입될 수 있듯이, 플로우-스루 큐벳에 삽입될 수 있다. 이 제 2 작동 위치는 주사 장치(21)의 최초 작동 위치와 같이 점선으로 나타내어진다.
- [0039] 펌프(40)에 의해, 플로우-스루 큐벳(39)의 입구에 부착되는 것은 시약 용기(41)이고 여기에 광도 인 탐지를 위해 필요한 화학물질이 저장된다. 플로우-스루 큐벳(39)은 플로우-스루 큐벳(39)을 통과하는 수성 샘플의 광도 분석을 위해 설계된 광도계 장치(42) 속에 돌출되며 이의 입구는 인-평가대(43)에 연결된다.
- [0040] 제 2 냉각대(30)의 출구에서 연소 오븐(1)의 출구 도관(44)은 두 갈래로 나뉘며, 하나는 출구면 상에서 질소(TN) 평가대(46)에 연결된 NO 탐지기(45)로 인도되고 다른 것은 출구면 상에서 탄소(TOC) 평가대(48)에 연결된 CO₂ 탐지기로 인도된다.
- [0041] 측정 장치(13)가 작동하는 방식은 본 발명에 따른 방법의 상기 설명으로부터 매우 명백할 것이나, 이하에서 간략하게 다시 요약한다.
- [0042] 제 1 주사 장치(21)에 의해 수성 샘플이 저장소(20)로부터 빼내져, 연소 오븐(1)에 운반되고 오븐 속에 주입된다. 내부가 설정된 온도에서, 샘플은 증발하고 거의 동시에 연소하고 결과로 얻은 연소 기체는 운반-기체 저장소(14)에 의해 공급된 운반-기체 흐름과 함께 오븐으로부터 출구 도관(44) 속에 운반된다. 응축기에서 연소/운반 기체 흐름은 제 1 냉각 온도로 냉각되고, 이 온도에서 응축물이 냉각 트랩(27)에 형성된다. 소정량의 이런 응축물이 제 2 주사 장치(34)에 의해 추출되어 플로우-스루 큐벳(39)에 놓이며, 여기서 응축물은 광도 탐지 방법을 수행할 수 있도록 펌프(40)에 의해 제공된 시약과 혼합된 후 인 탐지를 위해 광도계 장치(42)로 보내진다.
- [0043] 제 2 냉각대(30)에서 연소/운반 기체 흐름은 거의 0°C인 제 2 냉각 온도로 냉각되고 냉각대의 출구면에서 기체는 NO 및 CO₂의 입증을 위한 탐지기(45 및 47)로 보내진다. 탐지기(45 및 47)에서 입증 방법이 결과를 만들어 낼 때, 각각의 평가대(43, 46 및 48)는 전체 인 함량(TP), 전체 질소 함량(TN) 및 저장소(20)에서 빼내고 연소 오븐(1)에서 분해된 수성 샘플의 유기 탄소(TOC)의 함량을 측정한다.
- [0044] 도 3은 단면도에서 더욱 상세한 냉각 트랩(27)의 구조를 도시한다. 기본 몸체를 나타내는 블럭(27)에 입구 부분(27b)이 만들어졌고, 이에 의해 냉각 트랩(27)이 연소 오븐(1)의 출구와 연결되고, 출구를 통해 연소/운반 기체 흐름(G)이 들어간다. 입구 부분(27b)은 수직 구멍(27c) 속으로 통하고, 기체 흐름을 냉각하는 동안 수직 구멍의 하부 영역에 응축물(K)이 퇴적된다. 기본 몸체(27a)의 상부 영역에서 추가 수평 통로 부분(27d)이 제공되며, 구멍(27c) 속으로 통하고 이를 통해 냉각되고 응축물-제거된 연소/운반 기체 흐름(G')은 최종적으로 제 2 냉각대(30)로 유도된다. 플러그(27e)가 구멍(27c)의 하부 말단을 봉쇄한다.
- [0045] 본 발명의 실시예는 상기한 예들 및 본 발명에서 강조한 태양에 제한되지 않으며, 당업자에게 자명한 여러 변형이 가능하다. 특히 개시된 2단계 냉각 장치는 간단한, 1단계 기체-액체 분리기로 대체될 수 있고 제 1 주사 장치를 사용하는 샘플-공급 장치 및/또는 제 2 주사 장치의 장착 및 운반에 대해서, 비용 감소를 위해, 특히 관련 전자 제어 운반 메커니즘을 제거함으로써 단순화시킬 수 있다.

산업상 이용 가능성

- [0046] 본 발명의 내용중에 포함되어 있음

도면의 간단한 설명

- [0026] 도 1은 본 발명의 한 실시예에 따른 장치에서 연소 오븐의 주요부의 개략적인 단면도이고,
- [0027] 도 2는 본 발명에 따른 장치의 개략적 전체도이며,
- [0028] 도 3은 도 2에 도시된 장치에서 기체-액체 분리기(기체 냉각기)의 중심 부품의 개략도이다.

도면

도면1

