



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0077532
(43) 공개일자 2013년07월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

G01N 5/00 (2006.01) G01N 25/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2011-0146283

(22) 출원일자 2011년12월29일

심사청구일자 2011년12월29일

(71) 출원인

연세대학교 산학협력단

서울특별시 서대문구 연세로 50, 연세대학교 (신촌동)

(72) 발명자

황정호

서울특별시 용산구 이촌로 303, 현대아파트 11-504 (이촌동)

박상신

충청북도 청원군 남일면 효촌송암길 20-22, 1동 302호 (영진빌라)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인화우

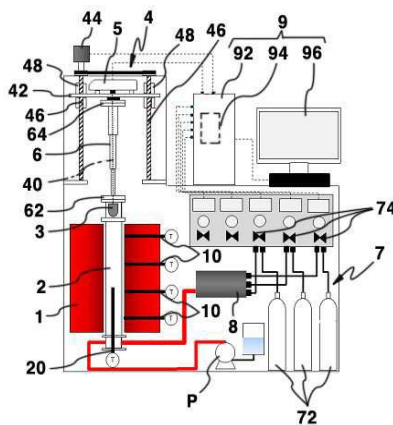
전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 등온 / 비등온 열중량 분석장치

(57) 요약

등온/비등온 조건에서 여러 반응가스에 노출된 시료의 무게변화를 분석하기 위한 등온/비등온 열중량 분석장치를 개시한다. 본 발명의 일 실시예에 따른 등온/비등온 열중량 분석장치는, 히터에 의해 에워 쌓인 반응기, 와이어를 이용해 시료가 담긴 시료기를 현수식으로 견인하고 이를 상기 반응기 내부로 승강시키는 승강기, 반응기 내부를 승강하는 시료의 가열에 따른 중량변화를 검출하는 검출기, 검출기와 상기 반응기 사이에 장치되어 상기 반응기의 시료 도입부 측 개구를 막는 외부공기 차단기, 여러 종류의 반응가스를 저장하고 저장된 반응가스를 상기 반응기 내부로 도입시키는 반응가스 도입기, 시험조건에 따라 반응가스 도입기에서 제공되는 여러 종류의 반응가스를 혼합시키는 믹스 챔버 및 상기 각 기기에 전기적으로 연결되어 이들을 제어하는 제어수단을 포함하여 구성되는 것을 요지로 한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

정효제

부산광역시 기장군 기장읍 청강리 우신네오빌아파트 103-1402

서동균

서울특별시 종로구 명륜동4가 62번지 4층

홍정우

서울특별시 강동구 천중로49길 58, 102동 303호 (길동, 우성아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2010T100101092

부처명 산학협력단

연구사업명 신재생에너지기술개발사업-원천기술

연구과제명 고 H₂/CO 비 합성가스 생산을 위한, 바이오매스 혼합 석탄 가스화기 화학반응 유동 설계기
술개발

주관기관 연세대학교 산학협력단

연구기간 2010.12.01 ~ 2013.11.30

특허청구의 범위

청구항 1

히터에 의해 에워 쌓인 반응기;

와이어를 이용해 시료가 담긴 시료기를 현수식으로 견인하고 이를 상기 반응기 내부로 승강시키는 승강기;

반응기 내부를 승강하는 시료의 가열에 따른 중량변화를 검출하는 검출기;

검출기와 상기 반응기 사이에 장치되어 상기 반응기의 시료 도입부 측 개구를 막는 외부공기 차단기;

여러 종류의 반응가스를 저장하고 저장된 반응가스를 상기 반응기 내부로 도입시키는 반응가스 도입기;

시험조건에 따라 반응가스 도입기에서 제공되는 여러 종류의 반응가스를 혼합시키는 믹스 챔버; 및

상기 각 기기에 전기적으로 연결되어 이들을 제어하는 제어수단;을 포함하여 구성되는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

히터는 열선을 갖고 그 중앙에 길이방향으로 기다랗게 중공을 형성한 구성이며, 반응기는 상기 히터 중앙의 중공을 관통할 수 있는 길이의 중공관인 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 히터는 구간별 온도 측정을 위해 그 높이방향으로 일정한 간격을 두고 복수의 열전대를 구비하는 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 4

제 2 항에 있어서,

상기 반응기는 고온에 우수한 열전도성을 갖고 고온에 견딜 수 있는 석영 또는 알루미늄으로 이루어지며, 열전대가 상기 반응기 내부로 연장된 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 승강기는 승강속도 조절이 가능한 구성으로 이루어진 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 승강기는 검출기를 탑재하고 와이어 상단부가 관통하는 승강 받침대를 포함하며, 볼 스크류 방식의 승강구조를 통해 상기 승강 받침대의 승강을 구현하는 구조인 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 승강기는 검출기를 탑재하고 와이어 상단부가 관통하는 승강 받침대를 포함하며, 랙 앤 피니언 방식의 승강구조를 통해 상기 승강 받침대의 승강을 구현하는 구조인 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 8

제 1 항에 있어서,

상기 승강기는 검출기를 탑재하고 와이어 상단부가 관통하는 승강 받침대를 포함하며, 리니어 모터-가이드 방식의 승강구조를 통해 상기 승강 받침대의 승강을 구현하는 구조인 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 9

제 1 항 또는 제 8 항에 있어서,

상기 검출기는 승강기에 탑재되어 승강하는 전자저울인 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

상기 외부공기 차단기는, 상단과 하단에 각각 접속 플랜지를 갖고, 시료를 반응기 내부로 도입시키거나 반응기 밖으로 인출시키는 승강기의 승강운동에 연동하여 시료의 승강방향으로 다단 신축 가능한 안테나 타입의 중공관인 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 11

제 10 항에 있어서,

상기 외부공기 차단기의 상단과 하단에 형성된 접속 플랜지는 각각, 받침대 하부로 부착되는 플랜지와 반응기의 개구측 플랜지에 씰링부재를 매개로 씰링 가능하게 연결되는 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 12

제 1 항에 있어서,

상기 반응가스 도입기는,

여러 개의 반응가스를 독립적으로 분리 수용하는 둘 이상의 저장용기와,

각 저장용기와 연결되는 제어밸브를 포함하여 반응기로 제공될 각 저장용기의 반응가스 도출 유량을 조절하는 유량조절기와,

반응기 내부로 도입될 수증기를 발생시키는 수증기 발생기로 구성되는 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 13

제 1 항에 있어서,

상기 믹스 챔버는 반응가스 도입기와 상기 반응기를 연결하는 관로 상에 장치되는 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

청구항 14

제 1 항에 있어서,

상기 제어수단은,

반응가스 유량, 반응기 온도, 승강기 구동을 포함하여 전체적인 장치의 작동과 관련한 제어를 행하는 컨트롤러와,

반응가스의 유량, 반응기 온도 및 그에 따른 시료의 중량변화 데이터를 실시간으로 저장하는 데이터 저장장치와,

반응가스의 유량, 반응기 온도 및 그에 따른 시료의 중량변화를 실시간 출력하는 디스플레이를 포함하는 것을 특징으로 하는 등온/비등온 열중량 분석장치.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 열중량 분석장치에 관한 것으로, 상세하게는 등온/비등온 조건에서 여러 반응가스(공기, 질소, 산소, 수증기, 이산화탄소 등)에 노출된 시료의 무게변화를 정량적으로 정밀 분석할 수 있도록 한 등온/비등온 열중량 분석장치에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 가열 중에 시료 안에 일어나는 무게 변화를 측정하는 분석을 열중량 분석이라 한다. 열중량 분석에 이용되는 종래 일반적인 열중량 분석장치는, 미량(수십 mg)의 시료를 시료기에 넣고, 반응가스(공기 및 질소)를 주입한 뒤, 여러 승온조건에서 반응이 일어남에 따른 시료의 감소된 중량을 측정하여 시료의 물성 및 여러 반응 조건에 따른 시료의 무게 감량 특성을 분석할 수 있도록 되어 있다.

[0003] 좀 더 구체적으로, 종래 열중량 분석장치는 측정대상인 미량의 시료를 와이어를 이용해 질량 셀 혹은 질량 저울에 현수식으로 견인토록 장착한 후, 와이어를 인출시켜 측정대상 시료를 반응가스가 주입된 시료기(또는 가열로) 내에 위치시켜 국부적으로 열을 가함으로써, 여러 온도조건에서의 화학적 반응 및 그 화학적 반응에 의해서 감소되는 시료 중량을 측정하는 방식을 채택하고 있다.

[0004] 상기 종래 열중량 분석장치는 측정대상 시료가 미량인 경우 비교적 정밀한 데이터 획득이 가능하지만, 비교적 큰 고체시료의 중량 변화에 대한 정밀한 데이터를 획득 함에 있어서는 한계가 있다. 따라서 입자가 큰 고체시료의 열중량 분석을 위해, 비교적 큰 직경의 시료기를 형성한 전기로 방식의 분석기가 개발되었으나, 연소 및 열분해에 초점을 맞춘 것이어서 수증기 공급에 따른 가스화 반응 등을 고찰 수 없다는 단점이 지적되었다.

[0005] 대한민국 특허등록 제440865호에는 다공성 시료기를 이용하여 입자 크기 및 무게 변화를 측정하는 열중량 분석기를 개시하고 있다. 이 선행문헌에 개시된 열중량 분석기는, 가열관에 전기 열선을 사용하여 희망하는 온도를 맞추고, 전자 저울에 연결된 시료기에 고체 입자를 주입하여 열 및 화학적 반응을 일으킴으로써 입자의 크기와 무게 변화를 측정할 수 있도록 한 것을 특징으로 한다.

[0006] 상기 선행특허는 시료기가 다공성으로 되어 있기 때문에 가스와의 반응이 용이하며, 균일한 온도에 고체 시료를 직접 주입함으로써 실제 반응기와 같은 고속의 승온 속도 분석과 등온 분석이 가능하다는 장점이 있다. 그러나 와이어로서 저울을 현수식으로 견인함과 동시에 그 저울을 승강시킬 수 있도록 한 방식이기 때문에, 시료를 시료기로 투입함에 있어 승강속도의 조절이 어렵고 승강과정에서 저울에 흔들림이 발생하는 문제가 있다.

[0007] 또한, 측정대상 시료를 현수식으로 견인하는 와이어가 시료기 내부를 승강될 수 있도록 장치를 구현함에 있어, 구조적으로 시료부의 초기온도 도달 및 그 유지에 불안정이 크고 이 때문에 등온조건을 유지하기 어렵다는 단점이 있다. 따라서 열중량 분석을 행함에 있어 등온조건 하에서의 등온 시험이 곤란하며, 이에 따라 비등온 시험

에 국한되어 제한적으로 시험이 행해지는 문제가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 대한민국 특허등록 제440865호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0009] 본 발명이 해결하려는 기술적 과제는, 반응기 내부로의 외부공기 유입을 차단할 수 있는 구조의 구현을 통해, 등온 및 비등온 조건 모두에서 보다 정확한 열중량 분석을 행할 수 있는 등온/비등온 열중량 분석장치를 제공하고자 하는 것이다.
- [0010] 본 발명이 해결하려는 다른 기술적 과제는, 반응가스로서 다양한 가스(산소, 질소, 공기, 수증기, 이산화 탄소)를 단독 또는 혼합하여 사용할 수 있으며, 이에 따라 보다 다양한 가스 노출환경에서 시료의 중량변화를 분석하고자 하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0011] 과제 해결을 위한 수단으로서 본 발명의 일 측면은, 히터에 의해 예워 쌓인 반응기; 와이어를 이용해 시료가 담긴 시료기를 현수식으로 견인하고 이를 상기 반응기 내부로 승강시키는 승강기; 반응기 내부를 승강하는 시료의 가열에 따른 중량변화를 검출하는 검출기; 검출기와 상기 반응기 사이에 장치되어 상기 반응기의 시료 도입부 측 개구를 막는 외부공기 차단기; 여러 종류의 반응가스를 저장하고 저장된 반응가스를 상기 반응기 내부로 도입시키는 반응가스 도입기; 시험조건에 따라 반응가스 도입기에서 제공되는 여러 종류의 반응가스를 혼합시키는 믹스 챔버; 및 상기 각 기기에 전기적으로 연결되어 이들을 제어하는 제어수단;을 포함하여 구성되는 등온/비등온 열중량 분석장치를 제공한다.
- [0012] 본 실시예에서 상기 히터는 열선을 갖고 그 중앙에 길이방향으로 기다랗게 중공을 형성한 구성이며, 반응기는 상기 히터 중앙의 중공을 관통할 수 있는 길이의 중공관일 수 있다.
- [0013] 또한, 상기 히터는 구간별 온도 측정을 위해 그 높이방향으로 일정한 간격을 두고 복수의 열전대를 구비할 수 있다.
- [0014] 그리고, 상기 반응기는 고온에 우수한 열전도성을 갖고 고온에 견딜 수 있는 석영 또는 알루미늄으로 이루어지며, 반응기 내부 온도 측정을 위한 열전대가 상기 반응기 내부로 연장될 수 있다.
- [0015] 상기 승강기는 승강속도 조절이 가능한 구성일 수 있다.
- [0016] 바람직하게, 상기 승강기는 검출기를 탑재하고 와이어 상단부가 관통하는 승강 받침대를 포함하며, 볼 스크류 방식의 승강구조를 통해 상기 승강 받침대의 승강을 구현하는 구조일 수 있다.
- [0017] 이와는 다르게, 상기 승강기는 검출기를 탑재하고 와이어 상단부가 관통하는 승강 받침대를 포함하며, 랙 앤 피니언 방식의 승강구조를 통해 상기 승강 받침대의 승강을 구현하는 구조일 수 있다.
- [0018] 또한, 상기 승강기는 검출기를 탑재하고 와이어 상단부가 관통하는 승강 받침대를 포함하며, 리니어 모터-가이드 방식의 승강구조를 통해 상기 승강 받침대의 승강을 구현하는 구조일 수 있다.
- [0019] 본 실시예에서 상기 검출기는 승강기에 탑재되어 승강하는 전자저울일 수 있다.
- [0020] 그리고, 상기 외부공기 차단기는, 상단과 하단에 각각 접속 플랜지를 갖고, 시료를 반응기 내부로 도입시키거나 반응기 밖으로 인출시키는 승강기의 승강운동에 연동하여 시료의 승강방향으로 다단 신축 가능한 안테나 타입의 중공관 구조일 수 있다.
- [0021] 또한, 상기 반응가스 도입기는, 여러 개의 반응가스를 독립적으로 분리 수용하는 둘 이상의 저장용기와, 각 저

장용기와 연결되는 제어밸브를 포함하여 반응기로 제공될 각 저장용기의 반응가스 도출 유량을 조절하는 유량조절기와, 반응기 내부로 도입될 수증기를 발생시키는 수증기 발생기로 이루어진 구성일 수 있다.

[0022] 이때, 상기 믹스 챔버는 반응가스 도입기와 상기 반응기를 연결하는 관로 상에 장치될 수 있다.

[0023] 그리고, 본 실시예에 적용된 상기 제어수단은, 반응가스 유량, 반응기 온도, 승강기 구동을 포함하여 전체적인 장치의 작동과 관련한 제어를 행하는 컨트롤러와, 반응가스의 유량, 반응기 온도 및 그에 따른 시료의 중량변화 데이터를 실시간으로 저장하는 데이터 저장장치와, 반응가스의 유량, 반응기 온도 및 그에 따른 시료의 중량변화를 실시간 출력하는 디스플레이를 포함하는 구성일 수 있다.

발명의 효과

[0024] 본 발명의 실시예에 따른 등온/비등온 열중량 분석장치에 따르면, 반응기 개구 측에 안테나 타입의 외부공기 차단기가 설치됨으로써, 반응기 내부로 외부공기가 유입되거나 내부 반응가스 또는 열이 손실되는 것을 차단 또는 최소화할 수 있다. 즉, 시험하고자 하는 등온 또는 비등온 환경을 만족시킬 수 있어서, 등온 및 비등온 조건 모두에서 보다 정확한 열중량 분석이 행해질 수 있다.

[0025] 또한 본 발명은, 반응가스를 도입시켜 반응기 내부를 시험환경으로 조성함에 있어, 종래와는 달리 믹서 챔버의 채택으로 인하여 반응가스로서 다양한 가스(산소, 질소, 공기, 수증기, 이산화 탄소)를 단독 또는 혼합하여 사용할 수 있는 구성을 이룬다. 따라서, 보다 다양한 가스 노출환경에서의 온도변화에 따른 시료의 중량변화를 분석할 수 있다는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0026] 도 1은 본 발명의 일 측면에 따른 열중량 분석장치의 전체적인 구성을 개략적으로 도시한 것으로, 시료가 반응기 내부로 하강하기 전 상태를 도시한 개략 구성도.

도 2는 도 1에 나타난 일 측면에 따른 열중량 분석장치의 주요부를 확대 도시한 도면.

도 3은 도 1에 나타난 열중량 분석장치의 승강기 하강과 그에 따라 반응기 내에 시료가 위치하는 모습을 나타낸 도면.

도 4는 승강기 하강에 따른 열중량 분석장치의 주요부를 확대 도시한 도면.

도 5는 본 발명에 따른 열중량 분석장치에 의해 행해지는 비등온 조건에서의 열중량 분석과정을 개략 도시한 블록 구성도.

도 6은 본 발명에 따른 열중량 분석장치에 의해 행해지는 등온 조건에서의 열중량 분석과정을 개략 도시한 블록 구성도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0027] 이하, 첨부도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다.

[0028] 도 1은 본 발명의 일 측면에 따른 열중량 분석장치의 전체적인 구성을 개략적으로 도시한 것으로, 시료가 반응기 내부로 하강하기 전 상태를 도시한 개략 구성도이며, 도 2는 도 1에 나타난 일 측면에 따른 열중량 분석장치의 주요부를 확대 도시한 도면이다. 그리고 도 3은 도 1에 나타난 열중량 분석장치의 승강기 하강과 그에 따라 반응기 내에 시료가 위치하는 모습을 나타낸 도면이며, 도 4는 승강기 하강에 따른 열중량 분석장치의 주요부를 확대 도시한 도면이다.

[0029] 이들 도면을 참조하여 본 실시예에 따른 열중량 분석장치의 전체적인 구성에 대해 먼저 살펴보기로 한다.

[0030] 도 1 내지 도 4를 참조하면, 상기 열중량 분석장치는, 측정대상 시료에 대한 실질적 반응시험이 행해지는 반응기(2), 반응기(2) 내부로 시료 이동을 위한 승강기(4), 반응에 따른 시료의 중량변화를 검출하는 검출기(5), 반응기(2)의 개구 측을 막는 외부공기 차단기(6), 반응기(2) 내부로 반응가스 도입을 위한 반응가스 도입기(7), 반응 가스를 혼합시키는 믹스 챔버(8) 및 이들을 제어하기 위한 제어수단(9)을 포함한다.

- [0031] 반응기(2)는 시료의 열중량 시험을 위한 밀폐된 공간을 제공한다. 이러한 반응기(2)에는 단독 또는 2종 이상 혼합된 반응가스 또는/및 수증기가 그 내부로 도입되며, 반응에 필요한 온도조건을 유지시키거나 변화시킬 수 있도록 히터(1)에 의해 에워 쌓여 있다. 이때 히터(1)는 열선을 갖고 그 중앙에 길이방향으로 기다랗게 중공을 형성한 구성일 수 있고, 반응기(2)는 상기 히터(1) 중앙의 중공을 관통할 수 있는 길이의 중공관 일 수 있다.
- [0032] 상기 히터(1)는 시료를 시험조건에 따라 구간별로 다른 온도로 가열시킬 수 있는 환경을 제공할 수 있도록, 우수한 내열성을 갖는 소재 예컨대, 탄화규소(SiC)로 된 복수의 히터(1)가 층을 이루도록 조립됨으로써 형성된 구성일 수 있으며, 구간별 온도 측정을 통해 보다 정확한 온도 제어 및 그에 따른 보다 정확한 시험조건이 조성될 수 있도록 복수의 열전대(10)가 그 높이방향으로 일정한 간격을 두고 장치된 구성일 수 있다.
- [0033] 그리고 상기 반응기(2)는 히터(1)에 의한 고온발열에도 크랙이나 변형 등이 발생하지 않을 정도의 우수한 내열성을 갖고 또한, 열전도성이 우수하여 히터(1) 발열에 따라 그 내부 공간이 설정된 온도로 빠르게 도달할 수 있는 소재 예컨대, 석영 또는 알루미나(alumina)로 된 중공관일 수 있으며, 이 반응기(2)의 내부온도 측정을 위한 열전대(20)가 그 내부로 연장될 수 있다.
- [0034] 승강기(4)는 와이어(40)를 이용해 시료가 담긴 시료기(3)를 현수식으로 견인하고 이를 상기 반응기(2) 내부로 승강시키는 기능을 한다. 이러한 승강기(4)는 검출기(5)를 탑재하고 와이어(40) 상단부가 관통하는 승강 받침대(42)를 포함하면서 승강속도가 조절될 수 있는 공지된 여러 형태의 승강기(4) 구성이면 특별한 제한은 없다.
- [0035] 바람직한 예로서 상기 승강기(4)는 도면과 같이, 서보모터(44)의 회전운동을 검출기(5)를 탑재한 받침대(42)의 승강운동을 전환시킬 수 있는 구성의 볼 스크류 방식일 수 있다. 즉, 평행하게 이격 배치된 두 개의 스크류 축(46) 각각에 강구를 매개로 가이드(48)가 승강 가능하게 나사 결합되고, 각각의 가이드(48)에 상기 받침대(42)의 양 측부가 지지됨으로써, 서보모터 구동에 따른 스크류 축 회전으로 가이드 및 이에 지지된 받침대(42)가 위, 아래 움직이는 구성일 수 있다.
- [0036] 이때 상기 서보모터(44)는 제어수단(9)에 전기적으로 연결되어 해당 명령에 따라 정·역 구동을 하며, 평행하게 이격 배치된 상기 두 개의 스크류 축(46)은 도면의 예시와 같이 벨트 또는 체인전동을 통해 전동 가능하게 연결됨으로써, 하나의 서보모터(44)로서 두 개의 축(46)이 동시에 구동될 수 있는 구성일 수 있다. 하지만 이에 한정되는 것은 아니며, 기어전동을 통해서도 위와 같은 동작이 구현 가능하므로 이 또한 범주에 포함될 수 있다.
- [0037] 승강기(4)를 설명함에 있어 본 실시예에서는 볼 스크류 방식을 도시하여 설명하고 있으나, 이는 승강기(4) 구현을 위한 바람직한 실시 예에 불과한 것으로 이에 한정되지 않음을 밝혀 둔다. 다시 말해, 랙 앤 피니언(Rack & Pinion) 또는 리니어 모터-가이드(Linear motor guide) 등과 같이 검출기(5)를 탑재한 받침대(42)에 대한 정밀한 직선운동을 구현할 수 있는 구성이라면, 특별한 제한 없이 적용될 수 있다.
- [0038] 검출기(5)는 시료의 중량변화를 측정하고 이를 제어수단(9)에 전달한다. 구체적으로, 반응기(2) 내에서 고온 및 다양한 반응가스에 노출된 시료가 열적, 화학적 반응이 일어났을 때의 중량변화를 측정하여 그 값을 제어수단(9)에 제공함으로써 실시간으로 시료의 중량변화를 파악할 수 있도록 한다. 이러한 검출기(5)는 바람직하게 전자저울일 수 있으며, 이에 시료기(3)를 현수식으로 견인하는 상기한 와이어(40) 상단부가 연결될 수 있다.
- [0039] 외부공기 차단기(6)는 검출기(5)와 상기 반응기(2) 사이에 장치되어 상기 반응기(2)의 시료 도입부 측 개구를 막아, 외부공기가 반응기(2) 측으로 유입되거나 반응기(2) 내에 반응가스 또는 열이 손실되는 것을 방지하도록 기능한다. 와이어(40) 승강방식으로 반응기(2) 측으로 시료를 이동시키는 구성을 구현함에 있어 종래에는, 상기 반응기(2)의 시료 도입부 측 뚜껑에 와이어(40)가 드나들 수 있도록 홀(Hall)을 형성하고 있다.
- [0040] 이에 따라, 종래에는 이를 통해 외부공기가 유입되거나 반응가스 내에 도입된 반응가스 또는 히터에서 발생된 열이 손실되는 문제가 있었다. 그러나 본 실시예에서는 반응기(2)의 시료 도입부 측 개구에 위와 같이 외부공기 차단기(6)가 설치됨으로써 그러한 문제가 적극적으로 방지될 수 있다. 다시 말해, 외부공기 차단기(6)의 적용으로 외부공기의 유입, 반응가스 유출, 열 손실 등의 최소화를 통해 시험의 정확성을 향상시킬 수 있다.
- [0041] 외부공기 차단기(6)의 바람직한 예로는 도면의 도시와 같이 그 상단과 하단에 각각, 쉘링부재(부호생략)를 매개로 반응기(2) 개구측 플랜지 및 받침대(42) 하부의 플랜지와 연결을 위한 접속 플랜지(62)(64)를 가지며, 시료를 반응기(2) 내부로 도입시키거나 반응기(2) 밖으로 인출시키는 승강기(4)의 승강운동에 연동하여 시료의 승강방향으로 다단 신축 가능한 안테나 타입의 중공관 구조일 수 있다.
- [0042] 반응가스 도입기(7)는 다양한 시험조건을 구현을 위해, 여러 종류의 반응가스를 저장하고 저장된 반응가스를 상기 반응기(2) 내부로 도입시키도록 기능한다. 바람직하게는, 여러 개의 반응가스를 독립적으로 분리 수용하는

둘 이상의 저장용기(72), 각 저장용기(72)와 연결되는 제어밸브(74)를 포함하여 반응기(2)로 제공될 각 저장용기(72)의 반응가스 도출 유량을 조절하는 유량조절기(76) 및 수증기를 발생시키는 수증기 발생기(78)로 이루어진 구성일 수 있다.

- [0043] 이때 상기 반응가스 도입기(7)를 구성하는 유량조절기(76)는 후술되는 제어수단(9)과 전기적으로 연결되며, 유량조절기(76)의 각 제어밸브(74) 측에는 각 저장용기(72)로부터 연장된 가스관이 연결된다. 그리고 상기 수증기 발생기(78)는 상기한 반응기(2)와 관 예컨대, 파이프를 통해 연결되고, 그 중간에는 이 수증기 발생기(78)에서 발생한 수증기를 상기 반응기(2) 내부로 강제 도입시키기 위한 펌프(P)가 마련될 수 있다.
- [0044] 믹스 챔버(8)는 반응가스 도입기(7)와 상기 반응기(2)를 연결하는 관로 상에 장치되며, 시험조건에 따라 반응가스 도입기(7)에서 제공되는 1종 이상의 반응가스를 혼합시키는 기능을 한다. 상기 믹스 챔버(8)는 반응가스가 채류할 수 있는 밀폐된 내부공간을 가지며, 도입된 1종 이상의 반응가스를 강제로 분산시켜 상호 혼합시키는 매체 예컨대, 하나 이상의 쉘을 내부공간에 마련한 구성일 수 있다. 하지만 이에 국한되는 것은 아니다.
- [0045] 믹스 챔버(8)와 상기 반응기(2)를 연결하는 상기 관로 상에는 도면을 통해 구체적으로 도시하지는 않았으나, 반응기(2)로 도입될 반응가스를 어느 정도 가열하여 예열된 상태로 도입될 수 있도록, 가열수단 예컨대, 히터(1)가 마련될 수도 있다. 이와 같이 가열수단을 적용함으로써 반응가스를 예열시킨 상태로 도입시키면, 보다 빠른 시료와의 연소 또는 화학적 반응을 유도할 수 있어서 시험시간 단축에 유리하다.
- [0046] 한편, 제어수단(9)은 상기한 각 기기들과 전기적으로 연결되어 이들을 동작을 제어한다. 바람직하게는, 반응가스 유량, 반응기 온도, 승강기 구동을 포함하여 전체적인 장치의 작동과 관련한 제어를 행하는 컨트롤러(92)와, 반응가스의 유량, 반응기 온도 및 그에 따른 시료의 중량변화 데이터를 실시간으로 저장하는 데이터 저장장치(94)와, 시료의 중량변화를 실시간 출력하는 디스플레이(96)를 포함하는 구성일 수 있다.
- [0047] 이하에서는 상기한 구성의 본 발명의 일 측면에 따른 열중량 분석장치를 통해 수행되는 등온 또는 비등온 조건에서의 열중량 변화를 검출하는 과정을 본 발명에 따른 전술한 열중량 분석장치의 동작과 연계하여 살펴보기로 한다.
- [0048] 먼저, 반응기 내부 온도를 상승시키면서 이때 변화하는 시료의 중량을 측정하는 비등온 시험에 대해 살펴보기로 한다.
- [0049] 도 5는 비등온 조건에서의 열중량 분석과정을 순서대로 개략 도시한 블록 구성도로서, 앞서 첨부된 도 1 내지 도 4와 연계하여 설명하면, 측정 대상 시료에 대한 비등온 열중량 변화를 시험함에 있어서는 먼저, 검출기(5) 즉, 전자저울의 영점을 조정한 후, 정해진 양의 측정 대상 시료, 예컨대 석탄과 같은 고체상의 시료를 와이어(40)에 연결된 시료기(3)에 넣는다. 그리고 나서 반응기(2) 온도, 반응가스 주입량을 포함하는 반응조건을 설정한다(S100).
- [0050] 시료를 와이어(40) 선단에 장착된 시료기(3)에 탑재함에 있어서는, 도 2와 같이 외부공기 차단기(6) 하단의 접속 플랜지(64)와 반응기(2)의 시료 도입부 측 개구에 형성된 플랜지 사이를 연결하는 밀봉부재(부호 생략)의 결속을 해제한 후 외부공기 차단기(6) 일부를 들어 올려 시료기(3)에 측정대상 시료를 탑재토록 하거나, 반응기(2) 상단 측부에 개폐식 시료 투입구를 형성하여 이를 통해 시료기(3)에 시료를 탑재토록 할 수 있다.
- [0051] 다음으로, 상기 설정단계에서 설정된 초기 온도로 반응기(2)가 가열되도록 한다(S200). 초기의 온도는 수증기가 응축되지 않을 정도의 온도 바람직하게는, 250 ℃ 이하가 바람직하며, 반응기(2)의 초기 설정온도 가열이 완료되면, 상기 설정단계에서 설정된 양으로 반응가스 예컨대, 산소(O₂), 이산화탄소(CO₂), 질소(N₂), 수증기(H₂O)가 단독 또는 2종 이상 혼합된 기체를 초기 설정온도로 가열된 반응기(2) 내부로 도입시킨다(S300).
- [0052] 그리고 나서 제어수단(9)을 통해 승강기(4)를 구동시켜 시료가 반응기(2) 내부의 지정된 위치 즉, 반응기(2) 대략 중앙에 위치할 수 있도록 정속으로 하강시킨다(S400). 승강기(4)의 하강 속도 및 그 스트로크는 상기 제어수단(9)을 통해 정확하고 정밀한 제어가 이루어지며, 시료기(3)에 탑재된 시료와 함께 승강기(4)의 받침대(42) 상에 탑재된 검출기(5) 즉, 전자저울 역시 반응기(2) 측으로 함께 하강하게 된다.
- [0053] 다음, 시료가 반응기(2) 내 지정된 높이에 위치하게 되면, 히터(1) 가열을 통해 반응기(2)의 내부온도를 설정단계에서 설정된 시험온도까지 승온되도록 하고, 이 승온과정에서 온도변화에 따른 반응가스에 의한 시료의 연소 또는 화학적 변화를 검출기(5)를 통한 시료의 중량변화로써 측정하고, 그 측정 값을 제어수단(9)을 구성하는 디스플레이(96) 예컨대, 모니터를 통해 출력한다(S500).

- [0054] 다시 말해, 시료는 반응가스 도입기(7)를 통해 반응기(2) 내부로 도입되는 반응기(2)체에 의해 수증기 가스화 반응이 일어나 중량에 변화가 생기게 되며, 그러한 중량변화를 검출기(5)를 통해 실시간으로 측정하고, 그 측정 값을 모니터를 통해 실시간으로 출력하게 되는 것이다.
- [0055] 측정이 완료되면 마지막으로, 상기 승강기(4) 구동을 통해 시료를 원위치로 상승시켜 취출하고, 상기 측정과정 (S500)에서 측정된 중량변화 데이터와 설정된 반응조건 예를 들어, 반응기의 온도, 반응가스 주입량 등을 비교 하여 시료의 반응성에 대한 데이터를 추출하고 분석함으로써 비등온 조건에서의 열중량 시험이 완료될 수 있다 (S600).
- [0056] 위와 같은 과정을 통해 진행되는 비등온 열중량 분석과정에서 반응기(2) 온도의 승온에 따라 반응가스의 부피가 팽창하거나 감소하게 되고, 이에 따라 반응기(2) 내의 유속이 변화되어 측정 대상 시료의 중량에 오차가 발생할 수 있다. 따라서 도면을 통해 구체적으로 도시하진 않았으나, 압력계와 진공펌프(P)로 이루어진 압력조절기를 설치하여 반응기(2) 내부가 항상 균일한 압력으로 유지될 수 있도록 하는 것이 좋다.
- [0057] 다음으로, 반응기 내부 온도를 일정한도로 유지시킨 상태에서 이때 변화하는 시료의 중량을 측정하는 등은 시험에 대해 살펴보기로 한다.
- [0058] 도 6은 등은 조건에서의 열중량 분석과정을 순서대로 개략 도시한 블록 구성도로서, 앞서 첨부된 도 1 내지 도 4와 연계하여 설명하면, 측정 대상 시료에 대한 등은 열중량 변화를 시험함에 있어서는 먼저, 검출기(5) 즉, 전자저울의 영점을 조정한 후, 정해진 양의 측정 대상 시료, 예컨대 석탄과 같은 고체상의 시료를 와이어(40)에 연결된 시료기(3)에 넣는다. 그리고 나서 반응기(2) 온도, 반응가스 주입량을 포함하는 반응조건을 설정한다 (S100).
- [0059] 시료를 와이어(40) 선단에 장착된 시료기(3)에 탑재함에 있어서는 앞서도 설명했듯이, 외부공기 차단기(6) 하단의 접속 플랜지와 반응기(2)의 시료 도입부 측 개구에 형성된 플랜지 사이를 연결하는 밀봉부재의 결속을 해제한 후 외부공기 차단기(6) 일부를 들어 올려 시료기(3)에 측정대상 시료를 탑재토록 하거나, 반응기(2) 상단 측부에 개폐식 시료 투입구를 형성하여 이를 통해 시료기(3)에 시료를 탑재토록 할 수 있다.
- [0060] 다음으로, 상기 설정단계에서 설정된 고온의 시험온도까지 반응기(2)가 가열되도록 한다(S200). 시험온도는 상온에서부터 1450 ℃에 이르기까지 다양하게 설정할 수 있으며, 반응기(2) 내부가 시험온도까지 도달하였는지 여부는 열전대(20)로서 측정된 온도 데이터를 제공받는 제어수단(9)을 통해 확인할 수 있다.
- [0061] 열전대(20)에 의한 반응기(2) 내 온도측정을 통해 상기 반응기(2)가 설정된 시험온도로 가열된 것이 확인되면, 상기 설정단계에서 설정된 양으로 반응가스 예컨대, 산소(O₂), 이산화탄소(CO₂), 질소(N₂), 수증기(H₂O)가 단독 또는 2종 이상 혼합된 기체를 시험온도로 가열된 반응기(2) 내부로 도입시킨다(S300).
- [0062] 그리고 나서 제어수단(9)을 통해 승강기(4)를 구동시켜 시료가 반응기(2) 내부의 지정된 위치 즉, 반응기(2) 대략 중앙에 위치할 수 있도록 정속으로 하강시킨다(S400). 이때에도 역시, 승강기(4)의 하강 속도 및 그 스트로크는 상기 제어수단(9)을 통해 정확하고 정밀한 제어가 이루어지며, 시료기(3)에 탑재된 시료와 함께 승강기(4)의 받침대(42) 상에 탑재된 검출기(5) 즉, 전자저울 역시 반응기(2) 측으로 함께 하강하게 된다.
- [0063] 다음, 시료가 반응기(2) 내 지정된 높이에 위치하게 되면, 반응기(2) 내 온도를 상기한 시험온도 유지시키면서 일정시간 동안 반응가스에 의한 시료의 연소 또는 화학적 변화를 검출기(5)를 통한 시료의 중량변화로서 측정하며, 그 측정 값을 제어수단(9)을 구성하는 디스플레이(96) 예컨대, 모니터를 통해 출력한다(S500).
- [0064] 측정이 완료되면 마지막으로, 상기 승강기(4) 구동을 통해 시료를 원위치로 상승시켜 취출하고, 상기 측정과정 (S500)에서 측정된 중량변화 데이터와 설정된 반응조건 예컨대, 반응기의 온도, 반응가스 주입량 등을 비교하여 시료의 반응성에 대한 데이터를 추출하고 분석함으로써 등은 조건에서의 열중량 시험이 완료될 수 있다(S600).
- [0065] 위와 같은 과정을 통해 진행되는 등은 열중량 분석과정에서도 역시, 반응기(2) 온도의 승온에 따라 반응가스의 부피가 팽창하거나 감소하게 되고, 이에 따라 반응기(2) 내의 유속이 변화되어 측정 대상 시료의 중량에 오차가 발생할 수 있다. 따라서 도면을 통해 구체적으로 도시하진 않았으나, 압력계와 진공펌프로 이루어진 압력조절기를 설치하여 반응기(2) 내부가 항상 균일한 압력으로 유지될 수 있도록 하는 것이 좋다.
- [0066] 이상에서 살펴본 본 발명의 실시예에 따른 등은/비등온 열중량 분석장치에 따르면, 반응기 개구 측에 안테나 타입의 외부공기 차단기가 설치됨으로써, 반응기 내부로 외부공기가 유입되거나 내부 반응가스 또는 열이 손실되는 것을 차단 또는 최소화할 수 있다. 즉, 시험하고자 하는 등은 또는 비등온 환경을 만족시킬 수 있어서, 등은

및 비등온 조건 모두에서 보다 정확한 열중량 분석이 행해질 수 있다.

[0067] 또한, 반응가스를 도입시켜 반응기 내부를 시험환경으로 조성함에 있어, 종래와는 달리 믹서 챔버의 채택으로 인하여 반응가스로서 다양한 가스(산소, 질소, 공기, 수증기, 이산화 탄소)를 단독 또는 혼합하여 사용할 수 있는 구성을 이룸으로써, 보다 다양한 가스 노출환경에서의 온도변화에 따른 시료의 중량변화를 분석할 수 있다는 장점이 있다.

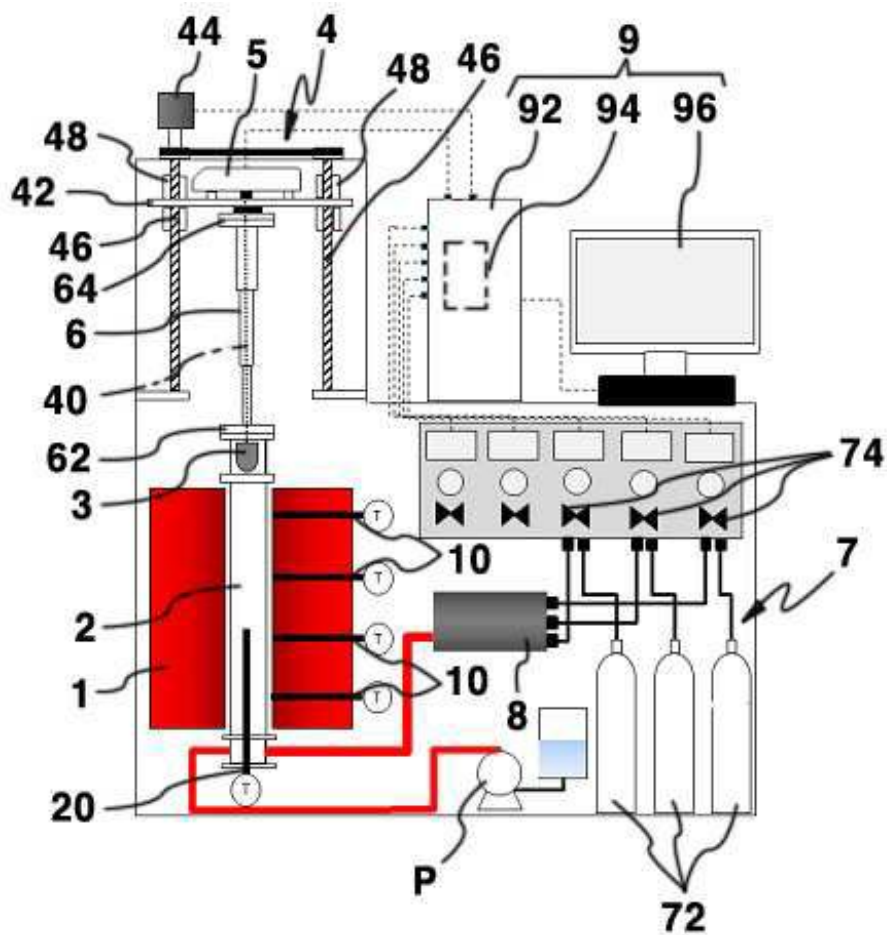
[0068] 이상의 본 발명의 상세한 설명에서는 그에 따른 특별한 실시 예에 대해서만 기술하였다. 하지만 본 발명은 상세한 설명에서 언급되는 특별한 형태로 한정되는 것이 아닌 것으로 이해되어야 하며, 오히려 첨부된 청구범위에 의해 정의되는 본 발명의 정신과 범위 내에 있는 모든 변형물과 균등물 및 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

부호의 설명

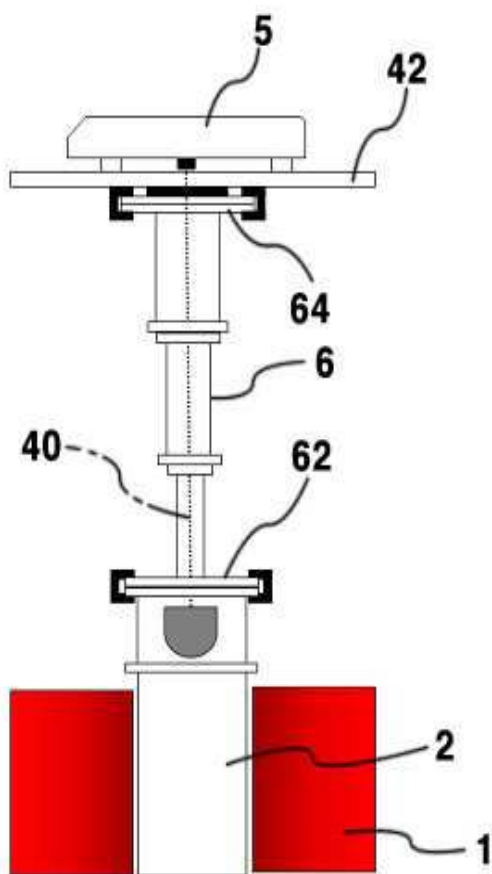
[0069]	1 : 히터	2 : 반응기
	3 : 시료기	4 : 승강기
	5 : 검출기(전자저울)	6 : 외부공기 차단기
	7 : 반응가스 도입기	8 : 믹스 챔버
	9 : 제어수단	
	10, 20 : 열전대	40 : 와이어
	42 : 받침대	44 : 서보모터
	46 : 스크류 축	48 : 가이드
	72 : 저장용기	74 : 제어밸브
	76 : 유량조절기	78 : 수증기 발생기
	92 : 컨트롤러	94 : 데이터 저장장치
	96 : 디스플레이	

도면

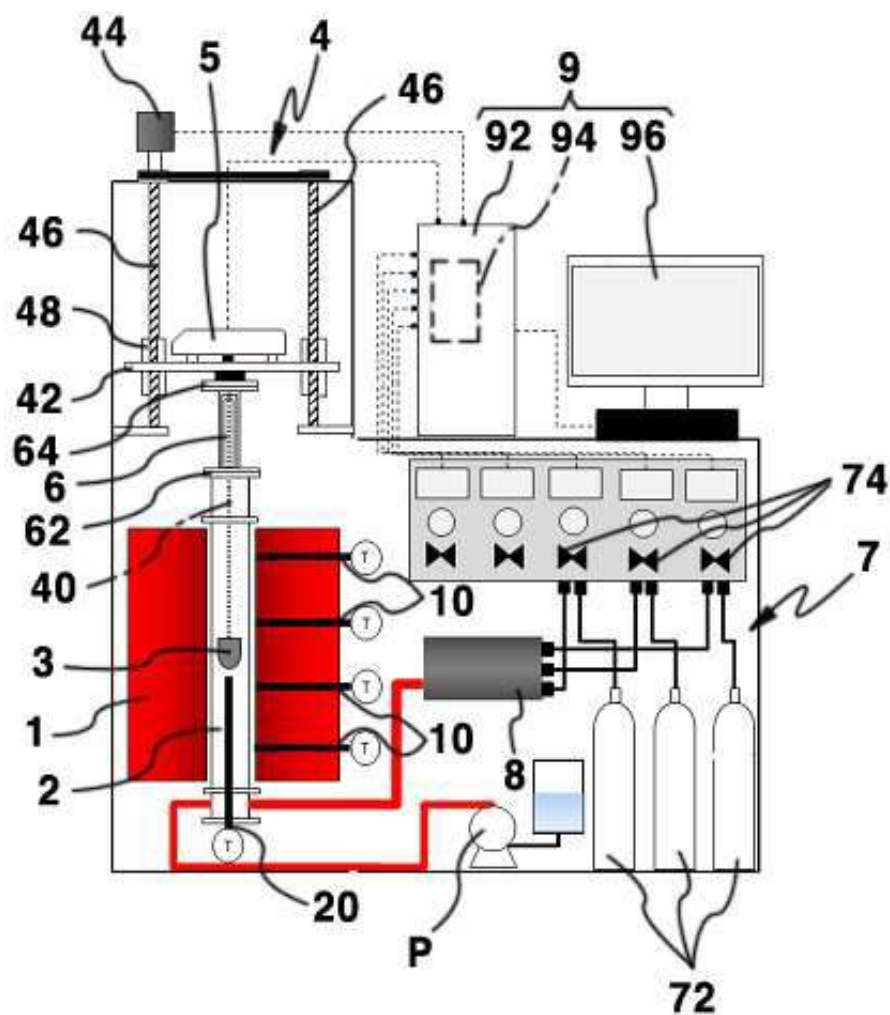
도면1



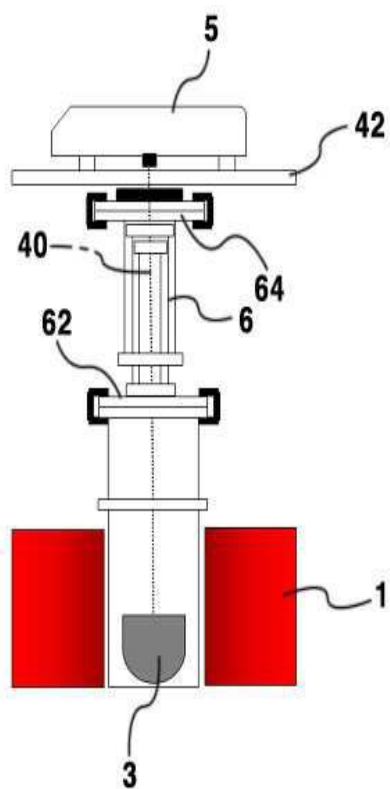
도면2



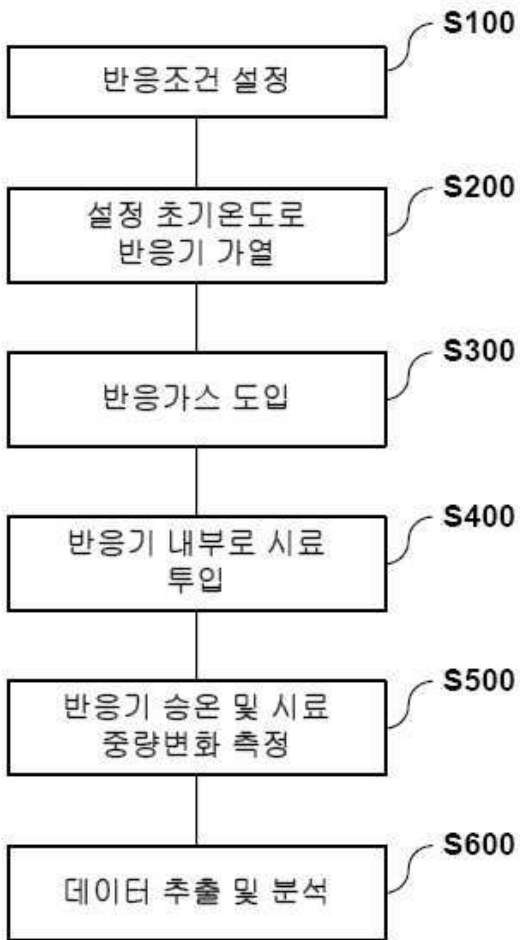
도면3



도면4



도면5



도면6

