



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2014년11월19일  
 (11) 등록번호 10-1462022  
 (24) 등록일자 2014년11월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
 G01N 22/00 (2006.01) G01N 25/00 (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2013-0092692  
 (22) 출원일자 2013년08월05일  
 심사청구일자 2013년08월05일  
 (56) 선행기술조사문헌  
 KR1020100066098 A\*  
 JP2002507745 A\*  
 JP2005106678 A  
 JP2005268624 A  
 \*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
 한국지질자원연구원  
 대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)  
 (72) 발명자  
 이진영  
 대전 동구 대전로 935, 105동 2004호 (삼성동, 한  
 발자이아파트)  
 최한우  
 대전 서구 둔산남로 127, 203동 606호 (둔산동,  
 목련아파트)  
 (뒷면에 계속)  
 (74) 대리인  
 김정수

전체 청구항 수 : 총 7 항

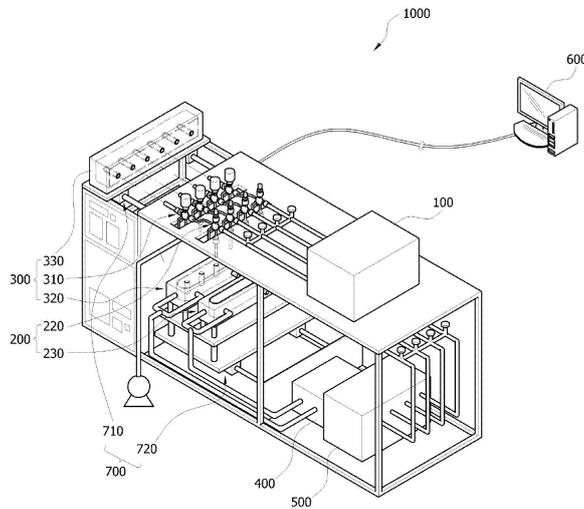
심사관 : 박재우

(54) 발명의 명칭 **마이크로파를 이용한 시료연소분석장치**

**(57) 요약**

상기 마이크로파를 이용한 시료연소장치를 개시한다. 상기 마이크로파를 이용한 시료연소장치는 상기 마이크로파를 통해 상기 유기시료를 연소시켜 상기 연소가스를 생성하는 시료연소부; 및 상기 연소가스 내의 상기 CO<sub>2</sub> 가스를 제외한 상기 잔여 가스를 제거하는 연소가스분리부;를 포함한다.

**대표도**



(72) 발명자  
**홍세선**  
 대전 서구 둔산로 155, 106동 402호 (둔산동, 크로  
 바아파트)

**임재수**  
 대전 서구 청사로 65, 117동 901호 (월평동, 황실  
 타운)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업  
 과제고유번호 GP2012-041  
 부처명 지식경제부  
 연구관리전문기관 산업기술연구회  
 연구사업명 주요사업-기관고유임무형-기본  
 연구과제명 영산강 유역의 제4기 지질계통 확립과 지표환경변화연구  
 기 여 율 1/1  
 주관기관 한국지질자원연구원  
 연구기간 2012.01.01 ~ 2014.12.31

---

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

마이크로파를 이용하여 유기시료를 연소한 후, 연소시 생성된 연소가스 내의 CO<sub>2</sub> 가스를 제외한 잔여 가스를 제거하는 마이크로파를 이용한 시료연소장치에 있어서,  
 상기 시료연소장치는,  
 상기 마이크로파를 통해 상기 유기시료를 연소시켜 상기 연소가스를 생성하는 시료연소부; 및  
 상기 연소가스 내의 상기 CO<sub>2</sub> 가스를 제외한 상기 잔여 가스를 제거하는 연소가스분리부;를 포함하고,  
 상기 시료연소부는,  
 바닥면에 돌출부가 형성되고, 상부가 개구된 원통형 몸체;  
 상기 원통형 몸체의 상부와 체결되는 캡;  
 상기 원통형 몸체의 내부에 구비되되, 상기 원통형 몸체의 내측면과 이격되고, 상기 돌출부와 체결되는 체결홈이 형성된 연소부;  
 상기 원통형 몸체 외측면에 구비된 마이크로파 발생부; 및  
 상기 원통형 몸체의 내측면을 감싸도록 형성되며, 상기 마이크로파 발생부로부터 전달된 마이크로파가 발전되어 상기 연소부를 가열하는 마이크로파 도파관;을 포함하는 것을 특징으로 하는 마이크로파를 이용한 시료연소장치.

**청구항 2**

삭제

**청구항 3**

제1항에 있어서,  
 상기 연소부는,  
 "U" 형으로 형성되며, 재질이 그래파이트인 것을 특징으로 하는 마이크로파를 이용한 시료연소장치.

**청구항 4**

제3항에 있어서,  
 상기 연소부는,  
 외측면에 적어도 하나 이상의 열전대가 높이방향으로 구비되는 것을 특징으로 하는 마이크로파를 이용한 시료연소장치.

**청구항 5**

제4항에 있어서,  
 상기 연소부는,  
 내측면에 SiC 막이 코팅되는 것을 특징으로 하는 마이크로파를 이용한 시료연소장치.

**청구항 6**

제1항에 있어서,  
 상기 마이크로파 발생부는,  
 마그네트론이 구비되도록 형성되는 것을 특징으로 하는 마이크로파를 이용한 시료연소장치.

**청구항 7**

제1항에 있어서,  
 상기 마이크로파 도파관은,  
 내부가 진공상태인 것을 특징으로 하는 마이크로파를 이용한 시료연소장치.

**청구항 8**

제1항에 있어서,  
 상기 원통형 몸체는,  
 내측 벽면에 단열재가 코팅 처리된 것을 특징으로 하는 마이크로파를 이용한 시료연소장치.

**명세서**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 시료연소장치에 관한 것으로, 보다 상세하게는 마이크로파를 이용한 시료연소장치에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 고고학적 가치가 있는 유물들의 연대를 측정하는데 이용되는 방사성탄소연대측정법은 유기체가 죽은 후 체내의 방사성 탄소가 일정한 비율로 붕괴 되는 원리를 이용한 연대측정법을 말한다. 자연에는 12C, 13C, 14C 등 세 종류의 탄소 동위원소(carbon isotope)가 주로 존재한다. 이 중 대부분이 12C로 98.89%를 차지하고, 13C가 1.11%이며 14C는 극소량이 있을 뿐인데, 유기체가 광합성이나 호흡 등을 통해 탄소를 체내에 흡수해도 그 비율은 변함이 없다.

[0003] 그러나 유기체가 죽고 나면 불안정한 방사성 탄소인 14C는 일정한 속도로 붕괴되어 14N로 변하게 된다. 이때 14C의 양이 절반으로 줄어들게 되는 반감기(half-life)를 겪게 되는데, 이 시간이 약 5,730년이라는 사실을 이용하여 유기체의 연대를 추정할 수 있게 된다. 방사성 탄소연대측정 방법의 하나인 가속기질량분석법을 이용하여 유물 등과 같은 시료의 연대를 측정하기 위해서는 먼저 시료로부터 탄소를 추출하여야 한다. 이를 시료전처리과정이라고 한다.

[0004] 일반적으로 화학전처리과정, 진공연소과정 및 환원과정으로 이루어진다. 화학전처리과정은 분석할 시료로부터 불순물을 제거하여 분석과정에서 오염물로 인한 오류를 방지하기 위한 과정으로 공지의 세척과정과 화학처리 및 건조과정 등을 통하여 시료에 함유된 불순물을 제거하여 분석신뢰도를 높인다.

[0005] 진공연소과정은 전처리된 시료를 진공 속에서 연소하여 이산화탄소를 얻는 과정을 말한다. 석영관에 전처리된 시료와 산화구리(CuO) 분말 및 은사(Ag wire)를 넣고 진공상태에서 토치를 사용하여 밀봉한 다음 밀봉된 석영관을 가열로(Muffle furnace)에 넣고 약 850℃에서 2시간 동안 연소시키면 산화구리 분말로부터 고순도 산소가 방출되며, 이 산소는 고온에서 원시료의 탄소를 산화시켜 이산화탄소를 생성한다. 또한 은사는 연소의 부산물인 황의 생성을 억제 및 침전시킨다. 상기와 같은 과정에서 발생한 이산화탄소는 몇 번의 드라이아이스와 알코올을 섞은 냉각건조기를 통과시킨 후 액화질소를 사용하여 이산화탄소만을 고화시켜 분리하여 추출한다. 환원과정은 이산화탄소와 수소를 섞은 혼합기체와 철 가루 촉매를 밀폐된 용기에 넣고 가열하여  $CO_2+2H_2 \rightarrow C+2H_2O$ 의 반응을

통해 탄소가루인 흑연을 추출하는 과정을 말한다.

[0006] 한편, 종래에는 유기시료를 연소시, 도가니 표면에 열선을 권칭하여 도가니를 가열하는 방식을 적용하여, 상기 유기시료를 도가니 내에 넣어 연소시키는 방식이었다. 그러나 이러한 방식은 반복되는 고온 처리시에 열선이 단선되는 문제가 발생하였다. 본 발명은 이러한 문제를 해결하기 위해 안출되었다.

### 선행기술문헌

#### 특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) (0001) 대한민국 공개특허 10-2002-0014466  
 (특허문헌 0002) (0002) 대한민국 공개특허 10-2006-0057797  
 (특허문헌 0003) (0003) 대한민국 등록특허 10-0998227

### 발명의 내용

#### 해결하려는 과제

[0008] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 종래의 열선의 단선에 따른 시료연소장치의 오작동 문제를 해결할 수 있는 마이크로파를 이용한 시료연소장치를 제공하는 것이다.

[0009] 또한, 시료연소부 내에 사용되는 도가니의 재질을 그래파이트로 변경함으로써 시료연소부 내의 내구성을 향상시킬 수 있는 마이크로파를 이용한 시료연소장치를 제공하는 것이다.

#### 과제의 해결 수단

[0010] 상기 과제를 해결하기 위한 본 발명의 실시 예에 따른 마이크로파를 이용한 시료연소장치는 상기 마이크로파를 통해 상기 유기시료를 연소시켜 상기 연소가스를 생성하는 시료연소부; 및 상기 연소가스 내의 상기 CO<sub>2</sub> 가스를 제외한 상기 잔여 가스를 제거하는 연소가스분리부;를 포함한다.

[0011] 상기 시료연소부는, 바닥면에 돌출부가 형성되고, 상기 상부가 개구된 원통형 몸체; 상기 원통형 몸체의 상부와 체결되는 캡; 상기 원통형 몸체의 내부에 구비되며, 상기 원통형 몸체의 내측면과 이격되고, 상기 돌출부와 체결되는 체결홈이 형성된 연소부; 상기 원통형 몸체 외측면에 구비된 마이크로파 발생부; 및 상기 원통형 몸체의 내측면을 감싸도록 형성되며, 상기 마이크로파 발생부로부터 전달된 마이크로파가 발진되어 상기 연소부를 가열하는 마이크로파 도파관;을 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0012] 상기 연소부는 "U" 형으로 형성되며, 재질이 그래파이트인 것을 특징으로 한다.

[0013] 상기 연소부는 외측면에 적어도 하나 이상의 열전대가 높이방향으로 구비되는 것을 특징으로 한다.

[0014] 상기 연소부는 내측면에 SiC 막이 코팅되는 것을 특징으로 한다.

[0015] 상기 마이크로파 발생부는 마그네트론이 구비되도록 형성되는 것을 특징으로 한다.

[0016] 상기 마이크로파 도파관은 내부가 진공상태인 것을 특징으로 한다.

[0017] 상기 원통형 몸체는 내측 벽면에 단열재가 코팅 처리된 것을 특징으로 한다.

**발명의 효과**

[0018] 본 발명에 따른 마이크로파를 이용한 시료연소장치는 시료연소부 내에 열팽창율, 높은 열전도율, 타재질과의 비친화성, 내화학적, 윤활성, 3500 ℃ 이상의 고융점 등 물리적, 화학적으로 우수 비활성기체나 진공상태에서 고온으로 올라갈수록 강도가 높아지는 특성 유지 및 성형이 용이한 그래파이트 재질의 도가니를 사용함으로써 내구성을 향상시킬 수 있다는 이점이 있다.

[0019] 또한, 유기 시료 연소시 마이크로파를 이용함으로써 인해 기존에 열선의 단선으로 인해 시료연소장치의 오작동 되는 문제점을 사전에 차단할 수 있다는 이점이 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0020] 도 1은 본 발명의 실시 예에 따른 흑연화 처리 시스템의 예시도이다.

도 2는 시료연소장치를 개략적으로 나타낸 예시도이다.

도 3은 도 2에 도시된 시료연소부를 개략적으로 나타낸 예시도이다.

도 4은 도 1에 도시된 CO<sub>2</sub> 포집부를 보다 상세하게 나타낸 예시도이다.

도 5는 도 1에 도시된 질산용액 수용부를 보다 상세하게 나타낸 예시도이다.

도 6는 도 1에 도시된 환원반응부를 보다 상세하게 나타낸 예시도이다.

도 7은 도 1에 도시된 알코올 용액 수용부를 보다 상세하게 나타낸 예시도이다.

도 8은 도 1에 도시된 제1 실시 예의 반응로를 나타낸 예시도이다.

도 9는 도 1에 도시된 제2 실시 예의 반응로를 나타낸 예시도이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0021] 이하, 본 발명의 바람직한 실시 예의 상세한 설명은 첨부된 도면들을 참조하여 설명할 것이다. 하기에서 본 발명을 설명함에 있어서, 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략할 것이다.

[0022] 본 발명의 개념에 따른 실시 예는 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 형태를 가질 수 있으므로 특정 실시 예들을 도면에 예시하고 본 명세서 또는 출원에 상세하게 설명하고자 한다. 그러나, 이는 본 발명의 개념에 따른 실시 예를 특정한 개시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[0023] 어떤 구성요소가 다른 구성요소에 "연결되어" 있다거나 "접속되어" 있다고 언급된 때에는, 그 다른 구성요소에 직접적으로 연결되어 있거나 또는 접속되어 있을 수도 있지만, 중간에 다른 구성요소가 존재할 수도 있다고 이해되어야 할 것이다. 반면에, 어떤 구성요소가 다른 구성요소에 "직접 연결되어" 있다거나 "직접 접속되어" 있다고 언급된 때에는, 중간에 다른 구성요소가 존재하지 않는 것으로 이해되어야 할 것이다. 구성요소들 간의 관계를 설명하는 다른 표현들, 즉 "~사이에"와 "바로 ~사이에" 또는 "~에 이웃하는"과 "~에 직접 이웃하는" 등도 마찬가지로 해석되어야 한다.

[0024] 본 명세서에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도

가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 명세서에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 실시된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

- [0025] 이하에서는 도면을 참조하여 본 발명에 기재된 실시 예를 보다 상세하게 설명하도록 한다.
- [0026] 이하에서는 도면을 참고하여 본 발명의 실시 예에 따른 흑연화 처리 시스템을 설명하도록 한다.
- [0027] 도 1은 본 발명의 실시 예에 따른 마이크로파를 이용한 흑연화 처리 장치의 예시도이다. 도 2는 시료연소장치를 개략적으로 나타낸 예시도이다. 도 3은 도 2에 도시된 시료연소부를 개략적으로 나타낸 예시도이다.
- [0028] 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명에 따른 마이크로파를 이용한 흑연화 처리 시스템(1000)은 마이크로파를 통해 상기 유기시료를 연소시킨 후, 연소된 가스 내의 CO<sub>2</sub>를 포집한 후, 상기 포집된 CO<sub>2</sub>를 흑연으로 환원시키는 기능을 수행한다.
- [0029] 보다 구체적으로, 상기 흑연화 처리 시스템(1000)은 시료연소장치(100), CO<sub>2</sub> 포집 처리장치(200), 환원반응장치(300), 가스공급장치(500), 용액 공급장치(400) 및 제어장치(600)를 포함한다.
- [0030] 상기 흑연화 처리 시스템(1000)은 이송장치(700)를 더 포함하고, 상기 이송장치(400)는 상기 CO<sub>2</sub> 포집 처리장치(200)의 냉각부(230) 및 상기 환원반응장치의 냉각부(320)를 높이방향으로 이송시키는 제1 이송장치(720) 및 상기 환원반응장치(300)의 반응로(330)를 수평방향으로 이송시키는 제2 이송장치(710)를 포함할 수 있으며, 상기 이송장치(700)는 후술하도록 한다.
- [0031] 상기 시료연소장치(100)는 마이크로파를 이용하여 유기 시료를 연소한 후, 연소된 연소 가스 내의 불순물을 기체 크로마토그래피법을 통해 제거하는 기능을 수행한다.
- [0032] 보다 구체적으로, 상기 시료연소장치(100)는 시료연소부(110), 연소가스분리부(120)를 포함한다.
- [0033] 상기 시료연소부(110)는 마이크로파를 통해 상기 유기시료를 연소시키는 기능을 수행한다. 상기 시료연소부(110)는 하우징(111), 연소실(113), 마이크로파 도파관(114) 및 마이크로파 생성부(115)를 포함한다.
- [0034] 상기 하우징(111)은 전면이 밀폐된 원통형으로 형성되며, 상부에 유기 시료를 상기 하우징(111) 내부로 주입할 수 있는 시료주입구(112)가 구비된 캡(119)과 체결된다. 상기 시료주입구(112)는 외부로부터 유기 시료가 주입되도록 중공을 갖는 관일 수 있다.
- [0035] 또한, 상기 캡(119)은 연소실 내에서 연소된 유기시료의 연소가스를 배출하는 가스배출구(118)가 더 구비된다.
- [0036] 상기 연소실(113)은 상기 하우징(111) 내부에 구비되며, 그라파이트 재질로 형성된 "U"자형 관일 수 있다. 또한, 상기 연소실(113)의 내부 표면은 산화를 방지하기 위하여 SiC 막이 코팅처리되어, 고온 공정 후, 상기 연소실(113)의 산화를 방지하는 기능을 수행한다.
- [0037] 상기 마이크로파 생성부(115)는 상기 제어장치(600)의 제어신호에 따라 마이크로파를 생성하여 마이크로파 도파관(114)에 전달한다.
- [0038] 상기 마이크로파 도파관(114)은 상기 연소실(113) 주위를 감싸도록 상기 하우징(111) 내측면과 이격되도록 구비되며, 상기 마이크로파를 전달받아 상기 연소실(113)표면에 마이크로파를 발진시켜, 상기 연소실(113)를 가열하는 기능을 수행한다. 상기 마이크로파 도파관(114)은 수직단면이 사각형의 진공관일 수 있다.
- [0039] 한편, 도 2를 참조하면, 상기 연소가스분리부(120)는 시료연소부(110)로부터 연소된 연소 가스 내에서 CO<sub>2</sub> 가스를 제외한 잔여 가스를 추출하는 기능을 포함한다.
- [0040] 보다 구체적으로, 상기 연소가스분리부(120)는 복수 개로 구비될 수 있으며, 각 연소가스분리부(120)는 시료연소부(110)에서 공급된 연소가스를 기체 크로마토그래피(gas chromatography)법을 이용하여 연소 가스 내에 포함

된 불순물을 제거한 후, 1차적으로 미량의 불순물이 포함된 이산화탄소를 분리하는 기능을 수행한다.

- [0041] 여기서, 상기 연소가스분리부(120)에서 추출된 이산화탄소(CO<sub>2</sub>)에는 질소(N), 수소(H) 등의 미량의 불순물이 포함되어 있으며, 이러한 미량의 불순물을 포함한 이산화탄소(CO<sub>2</sub>) 가스는 외부로부터 유입되는 캐리어 가스인 헬륨(He) 가스를 통해 상기 CO<sub>2</sub> 포집 처리장치(200)로 이송된다.
- [0042] 도 4는 도 1에 도시된 CO<sub>2</sub> 포집 처리장치를 보다 구체적으로 나타낸 예시도이다.
- [0043] 도 4에 도시된 바와 같이, 상기 CO<sub>2</sub> 포집 처리장치(200)는 상기 복수 개의 CO<sub>2</sub> 포집부(210)를 통해 상기 불순물이 제거된 연소 가스로부터 CO<sub>2</sub> 만을 포집하는 기능을 수행한다.
- [0044] 보다 구체적으로, 상기 CO<sub>2</sub> 포집 처리장치(200)는 복수 개의 CO<sub>2</sub> 포집부(220)들 및 냉각부(230)를 포함한다.
- [0045] 상기 CO<sub>2</sub> 포집부(220)는 몸체(221), 제1 기체관(222), 제2 기체관(223), 압력감지부(224) 및 CO<sub>2</sub> 트랩(225)를 포함한다.
- [0046] 상기 몸체(221)는 내부에 중공이 형성되고, 4개의 포트(제1 포트(P1) 내지 제5 포트(P5))가 서로 연결된 관일 수 있다.
- [0047] 상기 제1 기체관(222)은 제1 포트(P1)에 구비되어, 상기 시료연소장치(100)에서 불순물이 1차 제거된 연소가스를 상기 몸체(221)로 제공하는 기능을 수행한다.
- [0048] 상기 제2 기체관(223)은 상기 제2 포트(P2)와 체결되며, 진공펌프와 연결된 펌프 라인과 접속되어, 상기 CO<sub>2</sub>로부터 분리되는 미량의 불순물 기체가 외부로 배출하는데 사용된다. 또한, 상기 진공펌프는 고분자진공펌프일 수 있다.
- [0049] 상기 압력감지부(224)는 상기 몸체(221)의 제3 포트(P3)와 연결되고, 상기 몸체(221) 내의 압력 상태를 감지하여 감지된 신호를 제어장치(600)로 전달하는 기능을 수행한다.
- [0050] 상기 CO<sub>2</sub> 트랩(225)은 상기 몸체(221)의 제4 포트(P4)와 탈착이 가능하도록 체결되며, 상기 질산용액수용부(230) 내에 인입됨에 따라 이산화탄소(CO<sub>2</sub>)를 고착화시키는 기능을 수행한다.
- [0051] 상기 질산용액수용부(230)는 아크릴 재질로 형성되며, 측면에 적어도 2개 이상의 액체 질소공급관(229)이 형성되고, 상기 액체 질소공급관(229)을 통해 용액 수용부(400)로부터 공급되는 액체질소를 수용하는 수용홈(227)이 구비된다.
- [0052] 여기서, 상기 수용홈(227)은 상기 질산용액수용부(230)의 내면과 이격되도록 형성되며, 이격된 공간 내부는 진공상태일 수 있다.
- [0053] 상기 적어도 2개 이상의 액체 질소공급관(229) 각각은 동일한 길이 및 동일한 간격으로 이격되어 위치함에 따라 동일한 양의 액체질소를 상기 수용홈(227) 내로 유입시킴에 따라 상기 수용홈(227) 내에 균일한 액체질소가 채워질 수 있다.
- [0054] 또한, 상기 수용홈(227) 내부에는 열전대가 높이 방향으로 구비될 수 있으며, 상기 열전대를 통해 상기 수용홈(228) 내부에 액체질소를 수용시, 액체 질소의 양에 따른 온도 변화를 파악하는데 사용된다.
- [0055] 따라서, 시료연소장치(100)를 통과하여 공급된 미량의 불순물이 첨가된 이산화탄소(CO<sub>2</sub>)는 CO<sub>2</sub> 포집부(220)에 머물게 된다. 이때, CO<sub>2</sub> 트랩(225)이 수용홈(227) 내로 인입되면, 이산화탄소(CO<sub>2</sub>)는 상기 수용홈(227) 내에 수용된 -50℃ 질산용액으로 인하여 CO<sub>2</sub> 트랩(225)에서 고착되고, 나머지 불순물 기체는 기화온도차를 통해 제2 포트(P2)를 통해 배출된다.
- [0056] 이후, CO<sub>2</sub> 트랩(225)이 상기 수용부(227)를 빠져나오면, 온도 변화에 따라 CO<sub>2</sub> 트랩(225) 내에 고착된 CO<sub>2</sub>는 온

도증가로 인하여 기체로 기화된다.

- [0057] 도 6은 도 1에 도시된 환원반응부를 보다 구체적으로 나타낸 예시도이다. 도 7은 도 1에 도시된 알코올용액수용부를 나타낸 예시도이며, 도 8은 도 1에 도시된 제1 실시 예의 환원반응로를 나타낸 예시도이며, 도 9는 도 1에 도시된 제2 실시 예의 환원반응로를 나타낸 예시도이다.
- [0058] 도 1에 도시된 바와 같이, 환원반응장치(300)는 환원반응부(310), 냉각부(320), 환원반응로(330)를 포함한다.
- [0059] 도 6을 참조하면, 상기 환원반응부(310)는 몸체(311), 제1 기체관(312), 제2 기체관(313), 압력감지부(314), 콜드핑거(315) 및 환원반응관(317)를 포함한다.
- [0060] 상기 몸체(311)는 내부에 중공이 형성되며, 5개의 포트(제1 포트(P1) 내지 제5 포트(P5))가 상기 중공과 연결된 관일 수 있다.
- [0061] 상기 제1 포트(P1)는 상기 제1 기체관(312)과 연결되며, 상기 제1 기체관(312)은 상기 CO<sub>2</sub> 포집부(220)와 연결된다.
- [0062] 상기 제2 포트(P2)는 진공펌프와 연결되며, 상기 제3 포트(P3)는 상기 콜드핑거(315)와 체결되며, 상기 제5 포트(P5)는 환원반응관(317)과 연결된다.
- [0063] 상기 압력감지부(314)는 상기 몸체(311) 상부에 구비되어 상기 몸체(311) 내의 압력을 감지하여, 감지된 압력이 기 설정된 압력을 초과할 경우, 그에 따른 감지신호를 상기 제어장치(600)로 전송하는 기능을 수행한다. 상기 콜드 핑거(315)는 상기 몸체(311)의 제4 포트(P3)와 탈착이 가능하도록 체결부재(316)를 통해 체결되며, 환원반응시 발생하는 수분(H<sub>2</sub>O) 포집하는 기능을 수행한다.
- [0064] 상기 환원반응관(317)은 제1 포트(P1)와 수평방향으로 이격된 제5 포트(P5)와 체결되는 석영(quartz) 관일 수 있다.
- [0065] 상기 압력감지부(314)는 환원반응부(310) 내로 CO<sub>2</sub>가 주입되기 전에 환원반응부(310) 내의 압력 및 환원반응관(317) 내로 이산화탄소(CO<sub>2</sub>)가 주입시, 주입된 이산화탄소의 압력을 측정하여 측정된 데이터를 제어장치(600)로 제공하는 기능을 수행한다.
- [0066] 이후, 제어장치(600)는 압력 정보를 수신하여 주입된 이산화탄소의 양을 산출한 후, 환원반응관(317) 내에 주입된 이산화탄소의 양에 따라 환원반응에 필요한 일정량의 수소(H<sub>2</sub>)가스가 환원반응부(310) 내로 주입시키도록 가스공급장치(500)를 제어한다.
- [0067] 도 7를 참조하면, 상기 알코올용액수용부(320)는 제1 하우징(321), 제2 하우징(322), 유로관(323) 및 삽입홈(325)을 구비한다.
- [0068] 상기 제1 하우징(321)은 직육면체 형상의 관일 수 있으며, 내부에 제2 하우징(322)을 수용하는 수용홈(321a)이 형성된다.
- [0069] 상기 제2 하우징(322)은 상기 수용홈(321a)에 안착되는 관일 수 있으며, 상기 제2 하우징(322) 표면에는 상기 콜드 핑거(315)가 삽입될 수 있는 복수 개의 수용홈(325)이 형성된다.
- [0070] 상기 유로관(323)은 알코올용액수용부(320)에 복수 개로 형성되며, 외부로부터 알코올 또는 물을 공급받아 상기 제2 하우징(322) 내로 공급하는 기능을 수행한다.
- [0071] 또한, 상기 제2 하우징(322)은 내측면에 열전대(미도시)가 구비되며, 이는 상기 제2 하우징(322) 내의 온도 변화를 측정하기 위함이다.
- [0072] 따라서, 상기 제2 하우징(322)의 온도가 기 설정된 온도 범위를 벗어날 경우, 냉매(예컨대, 알코올 또는 물)는 외부로부터 유입된다.
- [0073] 더불어, 상기 제1 하우징(321)은 제2 하우징(322)과 외부와의 접촉을 차단하도록 이격되어 형성되며, 재질은 아크릴일 수 있다. 이때, 상기 제1 하우징(321)과 제2 하우징(322)의 이격공간은 진공상태일 수 있다.

- [0074] 참고로, 콜드핑거(315)와 냉각부(320)는 탄소환원반응과정에서 발생하는 수분(H<sub>2</sub>O)을 포집하기 위한 구성요소이다.
- [0075] 여기서, 탄소환원반응과정은 이산화탄소(CO<sub>2</sub>)와 수소(H<sub>2</sub>)가 화학반응을 일으켜 탄소(C)와 물(H<sub>2</sub>O)을 생성하는 반응(CO<sub>2</sub>+2H<sub>2</sub>→C+2H<sub>2</sub>O)으로서, 이 과정에서 발생하는 수분(H<sub>2</sub>O)를 제거한 후, 탄소만을 추출하는 과정이다. 즉, 순수한 탄소만을 추출하기 위하여 냉각부(320)에 침지된 콜드핑거(315)를 환원반응관(317)과 연통하여 반응과정에서 생성되는 수분(H<sub>2</sub>O)를 액화하여 제거하는 것이다.
- [0076] 상기 환원반응로(330)는 상기 환원반응관(317) 내에 탄소환원반응이 일어날 수 있도록 상기 환원반응관(317)에 열을 공급하는 기능을 수행하며, 본 발명에서는 제1 및 제2 실시 예를 통해 설명하도록 한다.
- [0077] - 제1 실시 예의 환원반응로 -
- [0078] 도 8을 참조하면, 제1 실시 예의 환원반응로(330)는 몸체(331), 도가니(332) 및 유도코일을 포함한다.
- [0079] 상기 몸체(331)는 육면체 형상으로 형성되며, 일 측면은 복수 개의 홀(331a)들이 일정한 간격으로 이격되도록 형성된다.
- [0080] 상기 도가니(332)는 상기 몸체(331) 내에 삽입되며, 일 측면에 상기 환원반응관(317)이 삽입될 수 있는 삽입홈(332a)이 형성되며, 타측면에는 유도코일(333)이 권칭된다. 상기 도가니(332)의 재질은 열전도율이 높은 은, 금, 구리 중 어느 하나로 사용될 수 있다.
- [0081] 또한, 상기 도가니(332) 표면에는 열전대(미도시)가 구비되어 표면 온도를 실시 간으로 측정할 수 있다.
- [0082] 따라서, 제1 실시 예의 반응로(320)는 유도코일을 통해 도가니(322)를 가열시키는 구조일 수 있다.
- [0083] -제2 실시 예의 환원반응로-
- [0084] 도 9를 참조하면, 제2 실시 예의 환원반응로(340)는 몸체(341), 마이크로파 도파관(343), 마그네트론(342), 도가니(345)을 포함한다.
- [0085] 상기 몸체(341)는 육면체 형상으로 형성되며, 일 측면은 탈착이 가능하도록 체결부재(미도시)를 통해 체결된다. 상기 몸체(341)의 일 측면은 복수 개의 홀들이 일정한 간격으로 이격되도록 형성된다.
- [0086] 상기 마이크로파 도파관(342)은 외부로부터 마이크로파를 전달받으며, 전달받은 마이크로파를 발진시켜 상기 도가니를 가열한다. 상기 마이크로파 도파관(342)은 단면이 사각 또는 원 형태의 관일 수 있으며, 내부는 진공상태일 수 있다.
- [0087] 상기 도가니(345)는 재질은 그래파이트일 수 있으며, 일 측면에 상기 환원공급관(317)이 인입되도록 하는 삽입홀(341a)이 형성된다.
- [0088] 따라서, 상기 제2 실시 예에 따른 반응로(340)는 마이크로파 도파관(342)에 마이크로파를 발진시켜 상기 도가니(345)를 가열시켜, 상기 도가니(345) 내로 인입되는 환원반응관(317) 내에 열을 공급하는 방식으로 본 발명의 제1 실시 예의 유도코일을 이용한 방식에 비해 조립이 용이하며, 짧은 시간에 원하는 기 설정 온도를 환원반응관(317)에 전달할 수 있다는 이점이 있다.
- [0089] 상기 가스 공급장치(500)는 H<sub>2</sub>, He, Ar 가스가 저장된 복수 개의 저장탱크(미도시)를 구비한다. 상기 저장탱크(미도시) 각각은 가스 배관에 연결된다. 가스 배관에는 공압밸브가 구비되어, 해당 가스의 인입을 통제한다.
- [0090] 여기서, 헬륨(He) 가스는 시료연소장치로부터 연소된 연소가스를 CO<sub>2</sub> 포집처리장치로 이송시키는 캐리어 가스로 사용되며, 상기 수소(H<sub>2</sub>) 가스는 환원반응장치로 인입되어 환원반응시에 사용된다.
- [0091] 아르곤(Ar) 가스는 환원반응이 끝난 후 환원장치 전체를 정화하는 용도로 사용된다. 아르곤(Ar) 가스는 공기보

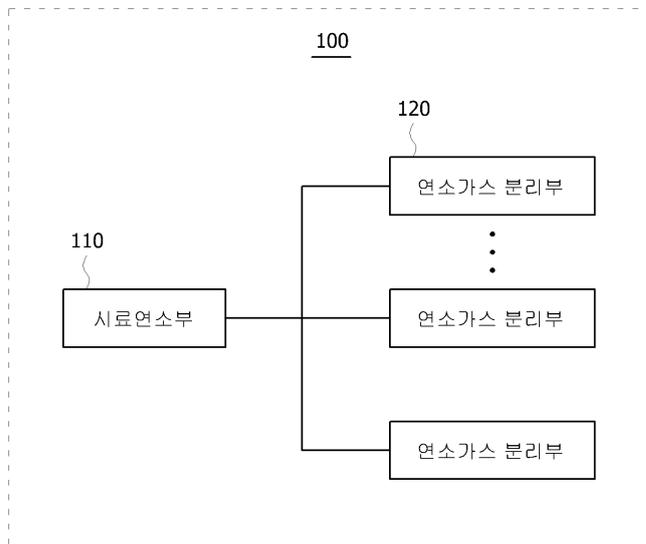
다 무거우므로 환원반응후 환원반응관을 꺼내서 보관할 때 기존에 정화에 사용하던 헬륨(He) 가스보다 날아가지 않고 관에 남아있을 가능성이 높기 때문에 시료를 대기와 차단하는데 유리하다.

- [0092] 상기 제어장치(600)는 상기 각 구성요소들을 제어하고 반응 전 과정 및 반응조건을 기록한다. 즉, 각 밸브의 구동을 제어하고 반응로의 온도를 일정하게 유지하며, 압력감지부에 의하여 측정된 이산화탄소의 압력으로부터 이산화탄소의 양을 산출하여 적정량의 수소를 주입하며, 각 공정인자(온도, 압력, 시간 등)를 기록함으로써 최소의 인력으로 반응조건을 정밀하게 제어할 수 있도록 한다.
- [0093] 이하에서는 본 발명의 실시 예에 따른 흑연화 처리 시스템을 이용한 흑연화 처리 공정을 설명하도록 한다.
- [0094] 흑연화 처리 공정은 제1 단계(S110) 내지 제5 단계(S150)를 포함한다. 보다 구체적으로, 상기 제1 단계(S110)는 분석할 시료를 연소하여 이산화탄소를 생성하는 단계이다.
- [0095] 여기서, 연소과정은 시료연소장치에 내장되어 있는 시료연소부에서 마이크로파를 이용하여 상기 유기시료를 연소하는 과정으로, 이때, 시료 연소 시에는 격렬한 발열반응으로 인해 순간적으로 1500℃ 까지 온도가 상승한다. 이후, 헬륨 고순도 가스를 캐리어 가스로 공급하여 적은 양의 연소 이산화탄소를 효과적으로 다음 단계까지 이송함과 동시에 공기 중의 이산화탄소가 혼입되지 않도록 한다.
- [0096] 상기 제2 단계(S120)는 기체 크로마토그래피법을 이용하여 연소가스 내의 CO<sub>2</sub> 를 분리하는 단계이다.
- [0097] 보다 구체적으로, 상기 제2 단계(S210)는 시료연소를 통하여 발생한 연소가스 내에서 1차적으로 불순물이 제거된 CO<sub>2</sub> 만을 추출하는 단계로서, 시료연소부에서 연소된 연소가스는 연소가스 분리부로 공급되며, 연소가스 분리부에서는 기체 크로마토그래피법을 이용하여 연소가스 내부의 불순물을 1차적으로 분리한 후, 미량의 불순물을 포함한 이산화탄소를 추출하는 단계일 수 있다. 이때, 연소가스분리부(120)를 통하여 포집된 이산화탄소(CO<sub>2</sub>)에는 헬륨, 산소 및 미량의 질소, 수소 등의 불순물이 함께 포함된다.
- [0098] 다음으로, 상기 제3 단계(S130)는 연소가스 분리부(120)에서 추출된 CO<sub>2</sub> 내에서 순수한 CO<sub>2</sub> 만을 포집하는 단계일 수 있다. 연소가스 분리부(120)에서 추출된 CO<sub>2</sub>는 CO<sub>2</sub> 포집장치(200)를 통과하면서 미량의 불순물이 제거된 순수한 이산화탄소(CO<sub>2</sub>)만이 남게 된다.
- [0099] 즉, 불순물이 포함된 이산화탄소는 CO<sub>2</sub> 트랩을 통과하면서 고착화되고, 헬륨, 산소 및 기타 불순물 기체들은 응고되지 않고 배기된다. 이후, 상기 불순물이 제거되어 고착된 이산화탄소를 고분자 진공펌프를 이용하여 진공배기하면, 헬륨과 산소를 포함한 불순물 기체는 기화하여 제거되고 순수한 이산화탄소인 드라이아이스만이 남게 된다.
- [0100] 상기 제4 단계(S140)는 환원반응 단계일 수 있다. 보다 구체적으로, 상기 제4 단계(S140)는 CO<sub>2</sub> 내에서 탄소만을 추출하는 단계일 수 있다. 제3 단계(S130)에서 고착화된 CO<sub>2</sub>는 기화과정을 통해 환원반응관(317)으로 주입된다.
- [0101] 이때, 환원반응관(317)은 이산화탄소가 주입되기 전에 미리 탄소환원반응의 촉매제로 사용될 활성화된 철 분말이 내부에 구비될 수 있으며, 압력감지부(450)에 구비된 진공펌프를 이용하여 10<sup>-7</sup> torr으로 진공상태로 만들어진 상태일 수 있다.
- [0102] 환원반응관(317) 내로 이산화탄소가 완전히 주입되면 탄소환원반응을 실시한다. 탄소환원반응을 실시하기 위해서는, 먼저 탄소환원반응에 필요한 적절량의 수소를 주입하여야 한다.
- [0103] 이산화탄소:수소의 몰 비율은 탄소환원반응의 수율을 결정하는데 있어서 가장 중요한 반응인자로서 종래에는 이산화탄소:수소의 몰 비를 1:2.5~1:3의 비율을 사용하여 탄소환원반응의 수율이 평균 80% 내외에 불과하였다.
- [0104] 탄소환원비율은 연대측정의 정확성에 중요한 영향을 미치며, 탄소환원비율이 높을수록 환원과정에서 동위원소분

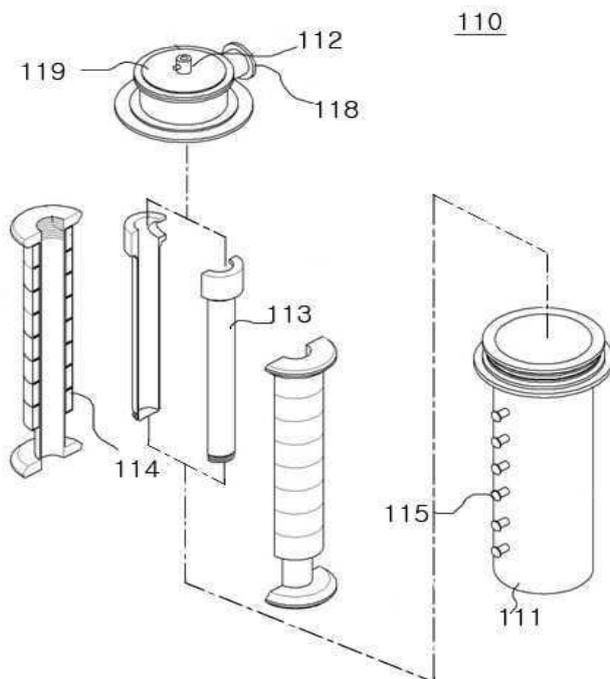




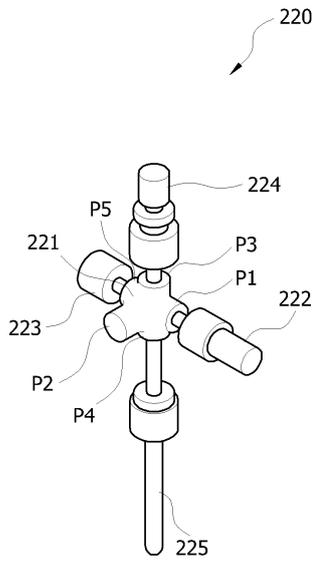
도면2



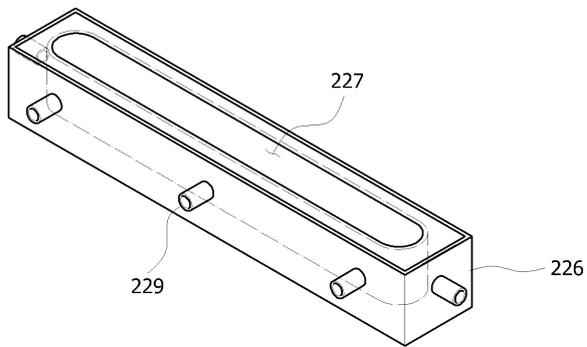
도면3



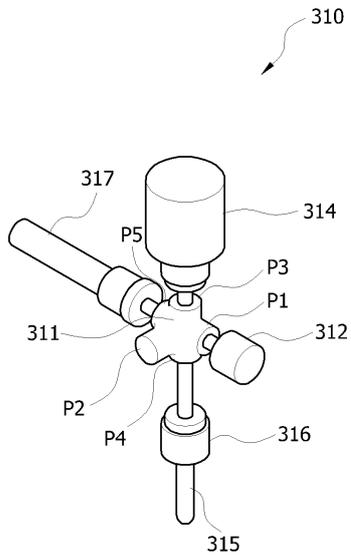
도면4



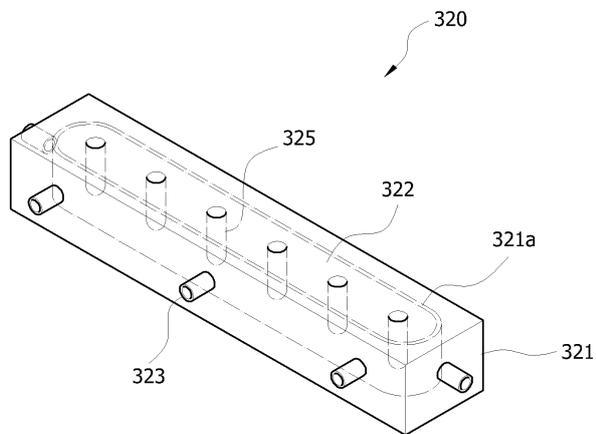
도면5



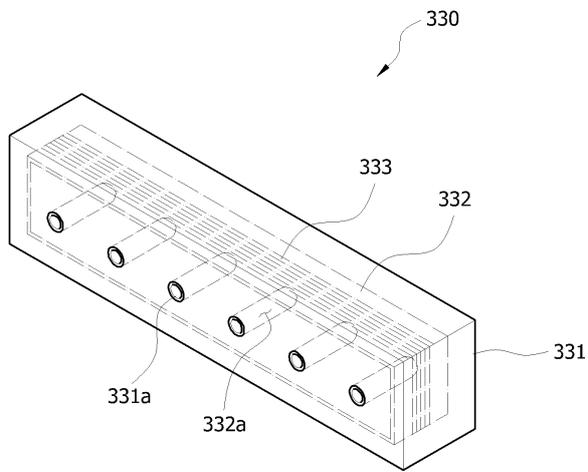
도면6



도면7



도면8



도면9

