



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0086671
(43) 공개일자 2010년08월02일

(51) Int. Cl.

G01N 21/35 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-0006012

(22) 출원일자 2009년01월23일

심사청구일자 2009년01월23일

(71) 출원인

인하대학교 산학협력단

인천 남구 용현동 253 인하대학교

(72) 발명자

이한섭

인천광역시 연수구 선학동 금호아파트 1동 1204호

최기운

인천광역시 남동구 논현동 단풍마을주공아파트
1103동 1804호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인태백

전체 청구항 수 : 총 3 항

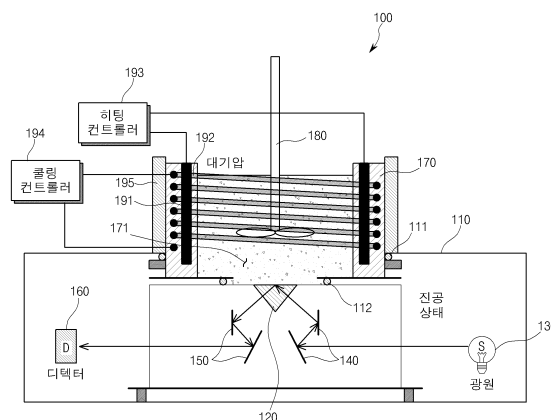
(54) 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치

(57) 요약

내부가 진공으로 조성되거나 적외선 비활성 가스로 충전되어 있는 챔버; 상기 챔버 내부에 설치되며, 추적대상 샘플이 놓여지는 상면부가 상기 챔버의 상부 외측으로 노출되도록 설치되는 감쇠 전반사기; 상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 샘플의 반응 추적을 위한 적외선 영역의 빛을 방출하는 광원부; 상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 광원부에서 방출된 빛을 입사받아 상기 감쇠 전반사기로 전달하는 제1반사경; 상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 감쇠 전반사기를 통해 상기 샘플에 전달되어 반사된 빛을 입사받아 외측으로 전달하는 제2반사경; 및 상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 제2반사경에서 전달되어 입사받은 빛을 검출하는 검출부를 포함하는, 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치를 제공한다.

상기 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치에 따르면, 반응중인 샘플의 화학 반응 추적이 실시간으로 가능한 이점이 있다. 또한, 그에 따른 반응 시간 분석과 반응 메커니즘의 분석을 통해, 샘플의 반응 온도, 촉매 양의 결정 등 최적의 화학 반응 조건을 확립할 수 있게 한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

권병철

경기도 안양시 동안구 호계동 183-2 효성기술원 스펙트럼연구소

박기호

인천광역시 남구 용현동 100-25번지 101호

이준호

경기도 광명시 철산3동 주공아파트 709동 201호

양이슬

인천광역시 남동구 간석4동 범양아파트 112동 307호

원태영

부산광역시 금정구 부곡동 반도맨션 708호

특허청구의 범위

청구항 1

내부가 진공으로 조성되거나 적외선 비활성 가스로 충전되어 있는 챔버;

상기 챔버 내부에 설치되고, 추적대상 샘플이 놓여지는 상면부가 상기 챔버의 상부 외측으로 노출되도록 설치되는 감쇠 전반사기;

상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 샘플의 반응 추적을 위한 적외선 영역의 빛을 방출하는 광원부;

상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 광원부에서 방출된 빛을 입사받아 상기 감쇠 전반사기로 전달하는 제1반사경;

상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 감쇠 전반사기를 통해 상기 샘플에 전달되어 반사된 빛을 입사받아 외측으로 전달하는 제2반사경; 및

상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 제2반사경에서 전달되어 입사받은 빛을 검출하는 검출부를 포함하는, 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 챔버의 상부에 설치되며, 내부에 상기 샘플이 채워지고 상기 감쇠 전반사기의 상면부에 상기 샘플이 놓여지도록 하부에 개방홀이 형성된 반응기; 및

상기 반응기 내의 샘플을 교반시키는 교반기를 더 포함하는, 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치.

청구항 3

청구항 2에 있어서,

상기 반응기에 설치되어 상기 반응기를 가열시키는 히터;

상기 히터의 가열 온도를 제어하는 히팅 컨트롤러;

상기 반응기에 설치되어 상기 반응기를 냉각시키는 쿨러;

상기 쿨러의 냉각 온도를 제어하는 쿨링 컨트롤러; 및

상기 반응기를 둘러싸서 외부로부터의 온도를 차단하는 단열층을 더 포함하는, 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 FTIR(Fourier Transform Infrared Spectrometer; 푸리에 변환 적외선 분광기)을 이용하여 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 부대장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 적외선 분광학(Infrared Spectroscopy)은 샘플이 적외선 영역에서 흡수하는 파장에 기초한 분석이다. 적외선 광원에서 방출된 빛의 일부가 샘플에 의해서 흡수가 되고 나머지는 검출기(Detector)에 도달하여 측정이 된다. 따라서, 나머지 빛과 광원에서 방출된 빛을 비교하여 주파수(frequency, wavelength, wavenumber)의 함수로 샘플의 적외선 스펙트럼을 그릴 수 있다. 이를 기반으로 한 FTIR(Fourier Transform Infrared Spectrometer)은 기존에 다양한 분야에서 광범위하게 사용되고 있다. 그런데, 종래의 방식에서는 샘플의 실시간적인 화학반응의 추적이 불가능한 단점이 있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0003] 본 발명은 반응기 내부의 샘플에 대한 화학반응 과정을 실시간 추적할 수 있는, 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치를 제공한다.

과제 해결수단

[0004] 본 발명은, 내부가 진공으로 조성되거나 적외선 비활성 가스로 충전되어 있는 챔버; 상기 챔버 내부에 설치되며, 추적대상 샘플이 놓여지는 상면부가 상기 챔버의 상부 외측으로 노출되도록 설치되는 감쇠 전반사기; 상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 샘플의 반응 추적을 위한 적외선 영역의 빛을 방출하는 광원부; 상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 광원부에서 방출된 빛을 입사받아 상기 감쇠 전반사기로 전달하는 제1반사경; 상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 감쇠 전반사기를 통해 상기 샘플에 전달되어 반사된 빛을 입사받아 외측으로 전달하는 제2반사경; 및 상기 챔버 내부에 설치되고, 상기 제2반사경에서 전달되어 입사받은 빛을 검출하는 검출부를 포함하는, 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치를 제공한다.

효 과

[0005] 본 발명에 따른 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치에 따르면, 반응중인 샘플의 화학 반응 추적이 실시간으로 가능한 이점이 있다. 또한, 그에 따른 반응 시간 분석과 반응 메커니즘의 분석을 통해, 샘플의 반응 온도, 촉매 양의 결정 등 최적의 화학 반응 조건을 확립할 수 있게 한다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0006] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치의 개략 단면도이다. 도 1을 참조하면, 상기 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치(100)는, 챔버(110), 감쇠 전반사기(120), 광원부(130), 제1반사경(140), 제2반사경(150), 검출부(160)를 포함한다.

[0007] 상기 챔버(110)는 내부가 진공으로 조성되거나 적외선 비활성 가스로 충전된 부분이다. 적외선 비활성 가스로는 질소가스(N_2) 등이 있다. 이외에도, 챔버(110) 내부는 드라이 에어(Dry Air)로 충전될 수 있다. 챔버(110) 내부가 대기압 상태인 경우, 공기 중의 H_2O , CO_2 성분 등에 의해 분광측정 결과에 오차가 발생할 수 있다. 그러나, 챔버(110) 내부가 상기와 같이 진공 상태, 비활성 가스 충전 상태 등으로 조성되는 경우, 보다 신뢰성 있는 분석 결과를 얻을 수 있다. 이러한 챔버(110) 내부에는 각각 감쇠 전반사기(120), 광원부(130), 제1반사경(140), 제2반사경(150), 검출부(160)가 설치된다.

[0008] 여기서, 상기 감쇠 전반사기(120; ATR, Attenuated Total Reflectance)는 챔버(110) 내부에 설치되며, 추적대상 샘플이 놓여지는 상면부 부분이 챔버(110)의 상부 외측으로 노출되도록 설치된다. 이러한 구성에 따르면, 감쇠 전반사기(120)의 상면부 부분에 단순히 샘플을 얹은 상태에서 측정이 가능하다. 예를 들면, 샘플이 액체인 경우 상기 상면부에 액체를 떨어뜨려 놓은 상태에서 측정하면 된다.

[0009] 감쇠 전반사기가 챔버 내부에 완전히 내장되는 기존 타입의 경우, 챔버 내의 진공을 해제하여 챔버를 개방한 후에 감쇠 전반사기에 샘플을 놓을 수 있었고, 이후에는 다시 챔버를 닫고 챔버 내부를 진공 상태로 재설정하여야 했다. 그러나, 상술한 부대장치(100)의 경우, 감쇠 전반사기(120)의 상면부가 챔버(110)의 외부로 노출된 구성을 가짐에 따라, 샘플을 놓을 때 챔버(110)의 개방/폐쇄 및 진공상태 해제/재설정의 과정이 전혀 필요없는 이점이 있다.

[0010] 이러한 감쇠 전반사기(120)는 주로 굴절율이 큰 크리스탈(crystal) 재질이 이용 가능하다. 예를 들면, 감쇠 전반사기(120)는 다이아몬드 ATR 크리스탈(Diamond ATR Crystal) 형태가 사용 가능하다.

[0011] 상기 광원부(130)는 상기 샘플의 실시간 반응 추적을 위한 적외선(Infrared Ray; IR) 영역의 빛을 상기 제1반사경(140) 측으로 방출한다. 상기 제1반사경(140)은 상기 광원부(130)에서 방출된 빛을 입사받아 상기 감쇠 전반사기(120) 측으로 전달한다. 이러한 제1반사경(140)은 하나의 거울 또는 서로 다른 각도의 복수 개의 거울의 조합으로 구성 가능하다. 도 1의 제1반사경(140)은 2개의 반사경의 조합을 이용한 것이다.

[0012] 한편, 상기 감쇠 전반사기(120)로 입사된 빛은, 감쇠 전반사기(120)의 상면부에 놓여진 샘플에 전달되고, 이 샘

플로부터 반사된 빛은 다시 제2반사경(150)로 입사된다. 제2반사경(150)은 상기 감쇠 전반사기(120)를 통해 상기 샘플에 전달되어 반사된 빛을 입사받아 외측의 검출부(160;Detector) 측으로 전달한다. 여기서, 제2반사경(150) 또한, 하나의 거울 또는 서로 다른 각도의 복수 개의 거울의 조합으로 구성 가능하다. 도 1의 제2반사경(150)은 2개의 반사경을 조합한 것이다.

[0013] 이에 따라, 상기 검출부(160)는 상기 제2반사경(150)에서 전달되어 입사받은 빛을 검출하는데, 검출을 위해 푸리에 트랜스폼(Fourier Transform)을 이용한다. 즉, 검출된 빛에 대한 적외선(IR) 스펙트럼은 주파수의 함수로서 표현 가능하고, 이를 통해 샘플의 분광 분석이 가능하다. 상기 FTIR-ATR 부대장치(100)에 이용된 푸리에 변환 적외선 분광(FTIR;Fourier Transform Infrared Spectrometer) 방식과 상기 사용된 ATR(Attenuated Total Reflectance)의 원리는 기존에 다양하게 공지되어 있으므로, 이에 관한 보다 상세한 설명은 생략하기로 한다.

[0014] 한편, 샘플의 반응 효율을 위해 상기 부대장치(100)는 반응기(170) 및 교반기(180)의 구성을 포함한다. 상기 반응기(170)는 상기 챔버(110)의 상부에 설치되며, 내부에 상기 샘플이 채워지고 상기 감쇠 전반사기(120)의 상면부에 상기 샘플이 놓여지도록 하부에 개방홀(171)이 형성된 구성을 갖는다. 즉, 상기 반응기(170)에서 반응중인 샘플의 일부가 개방홀(171)을 통해 감쇠 전반사기(120)의 상면부에 놓여질 수 있다. 이러한 샘플의 반응은 대기압 상태에서 수행된다.

[0015] 한편, 반응기(170)와 챔버(110) 사이에는 제1오링(111)과 제2오링(112)이 각각 설치됨에 따라, 챔버(110) 내부의 진공상태(또는 적외선 비활성 기체가 채워진 상태)가 더욱 견고히 유지될 수 있다. 제1오링(111)은 반응기(170)의 둘레부와 챔버(110) 사이를 긴밀히 하고, 제2오링(112)은 개방홀(171)의 둘레 부분과 챔버(110) 사이를 긴밀히 한다. 여기서, 챔버(110)의 진공상태 등의 유지를 위해 상기 오링 이외에 다른 부재가 사용될 수 있음은 물론이다.

[0016] 상기 교반기(180;Stirrer)는 상기 반응기(170) 내의 샘플을 교반시키는 부분으로서, 샘플의 반응 촉진을 증대시킬 수 있다. 이러한 교반기(180)의 교반 속도는 별도로 조절이 가능하도록 제작 가능하다.

[0017] 한편, 상기 FTIR-ATR 부대장치(100)는, 상기 반응기(170)에 설치되어 상기 반응기(170) 내의 샘플을 가열 또는 냉각시키기 위한, 히터(191), 쿨러(192), 히팅 컨트롤러(193), 쿨링 컨트롤러(194) 및 단열층(195)를 포함한다. 상기 히터(191)는 상기 반응기(170)의 내부에 설치되어 상기 반응기(170)를 가열하고, 상기 히팅 컨트롤러(193)는 상기 히터(191)의 가열 온도를 조절 제어한다. 또한, 상기 쿨러(192)는 상기 반응기(170) 내부에 설치되어 상기 샘플을 냉각시키며, 상기 쿨링 컨트롤러(194)는 상기 쿨러(192)의 냉각 온도를 조절 제어한다. 여기서, 상기 쿨러(192)는 상기 반응기(170)의 내벽을 따라 나선형으로 설치되는 서큘레이터형 쿨러일 수 있으나, 반드시 이에 한정되는 것은 아니다. 한편, 상기 단열층(195)은 상기 반응기(170)의 외부를 둘러싸서 외부로부터의 온도를 차단하는 구성으로서, 상기 반응기(170)의 가열 또는 냉각 효율을 향상시켜, 보다 신뢰성 있는 샘플 반응의 관찰이 가능하게 한다. 이상과 같은 가열 또는 냉각의 구성은 반응대상 샘플의 종류에 따라 결정될 수 있다.

[0018] 이상과 같은 상기 FTIR-ATR 부대장치(100)에 따르면, 실시간으로 화학 반응 추적을 실용적으로 가능하게 한다. 또한, 그에 따른 반응 시간 분석과 반응 메카니즘의 분석을 통해, 샘플의 반응 온도, 촉매 양의 결정 등 최적의 화학 반응 조건을 확립할 수 있게 한다. 결론적으로, 기존 장비로는 불가능했던 다양한 화학반응에 실시간 추적이 용이하게 하며, 이러한 부대장치(100)를 이용한 분석을 통해, 화학 회사의 화학반응 공정 조건을 최적화하는데 기여할 수 있고, 나아가 각종 연구소와 화학 회사에 유용한 연구 장비가 될 것으로 판단된다.

[0019] 이하에서는, 상기 샘플의 예로서 폴리우레탄폼(PU Foam)에 대한 화학반응 과정을 상기 FTIR-ATR 부대장치(100)를 통해 실시간 관측한 실시예로서, 도 2 내지 도 3을 참조로 하여 설명하고자 한다. 도 2 내지 도 3은 도 1의 부대장치(100)를 이용한 폴리우레탄폼 반응 실험에서 흡광도(Absorbance) 결과 데이터를 파수(Wavenumber) 및 반응 시간에 대해 각각 나타낸 그래프이다. 즉, 이러한 FTIR-ATR 부대장치(100)를 이용하여 상기 폴리우레탄폼 화학반응 과정의 실시간 동적 모니터링이 가능하였다. 여기서, 폴리우레탄폼의 화학반응 과정은 히팅 컨트롤러(193)를 통해 다양한 반응 온도(40℃, 55℃, 70℃)에서 테스트 되었다. 물론, 폴리우레탄폼의 화학반응이 대기압 하에서 수행되는 동안 챔버(110)는 진공 상태로 유지하였다.

[0020] 도 2를 참조하면, 우레탄 결합의 동적 형성은 화학 반응이 이루어지는 동안 FTIR-ATR 스펙트럼들을 원위치(in-situ)에서 관측하는 것에 의해 측정된다. 우레탄 결합의 형성은 반응시간의 함수로서 이소시아나이트(Isocyanate, -NCO)와 -OH 그룹(Hydroxy 그룹)의 소멸로부터 확인된다. 게다가, -N-H 그룹의 점진적인 증가 또한 관측된다. 또한, -NCO 그룹(이소시아나이트 그룹)의 흡광도 변화가 측정되었고, 도 3을 참조하면, 4개의 다른 온도에서의 반응이 각각 플롯되어 있다. -NCO 그룹에 대한 흡광도의 점진적인 감소를 일으키는 초기의 빠

른 흡광도 감소가 도 3에서 성공적으로 관측되었다. 상기 ATR의 셋업으로, 초기 반응 동역학의 온도 의존 현상이 관측됨을 알 수 있다. 참고로, 도 3에서 A_{NCO} 는 -NCO 그룹의 흡광도이고, A_{CH} 는 -CH 그룹의 흡광도를 나타낸다.

[0021] 한편, 우레탄 형성 그룹은 CO_2 가스의 방출을 수반한다. CO_2 가스 방출에 대한 원위치(in-situ) 측정에 따라, 소프트(soft) 또는 하드(hard) 폴리우레탄폼에 대한 개방 또는 폐쇄 셀 구조 형성이 구별성 있게 나타날 수 있다.

[0022] 본 발명은 도면에 도시된 실시예를 참고로 설명되었으나 이는 예시적인 것에 불과하며, 본 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 이로부터 다양한 변형 및 균등한 다른 실시예가 가능하다는 점을 이해할 것이다. 따라서, 본 발명의 진정한 기술적 보호 범위는 첨부된 특허청구범위의 기술적 사상에 의하여 정해져야 할 것이다.

도면의 간단한 설명

[0023] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 화학 반응의 실시간 추적이 가능한 FTIR-ATR 부대장치의 개략 단면도,

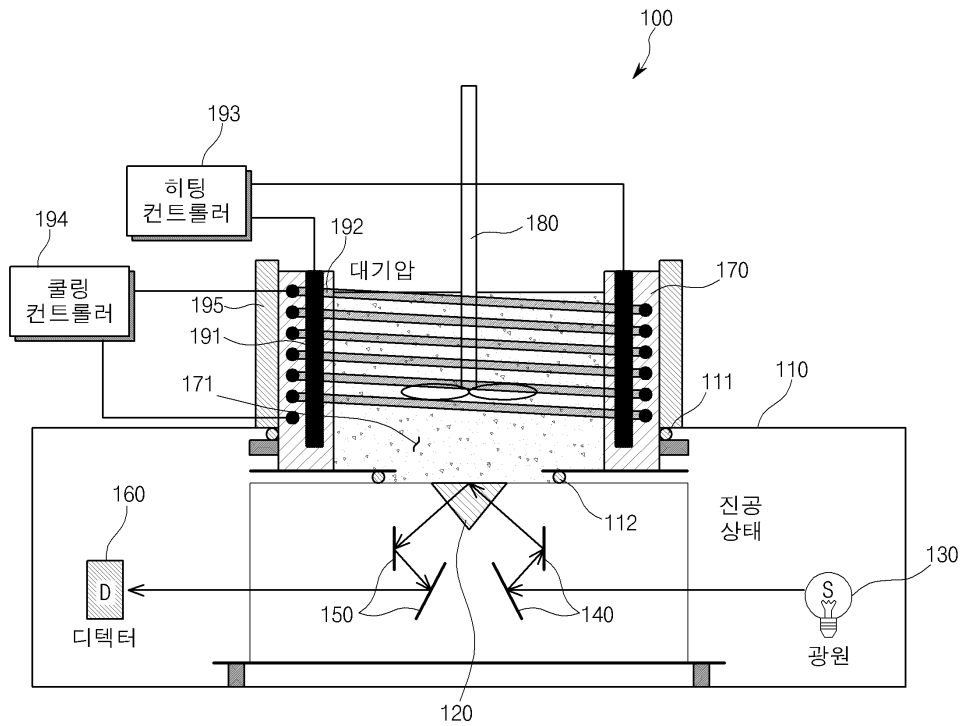
[0024] 도 2 내지 도 3은 도 1의 부대장치를 이용한 폴리우레탄폼 반응 실험에서 흡광도 결과 데이터를 파수 및 반응 시간에 대해 각각 나타낸 그래프이다.

[0025] < 도면의 주요 부분에 대한 부호의 간단한 설명 >

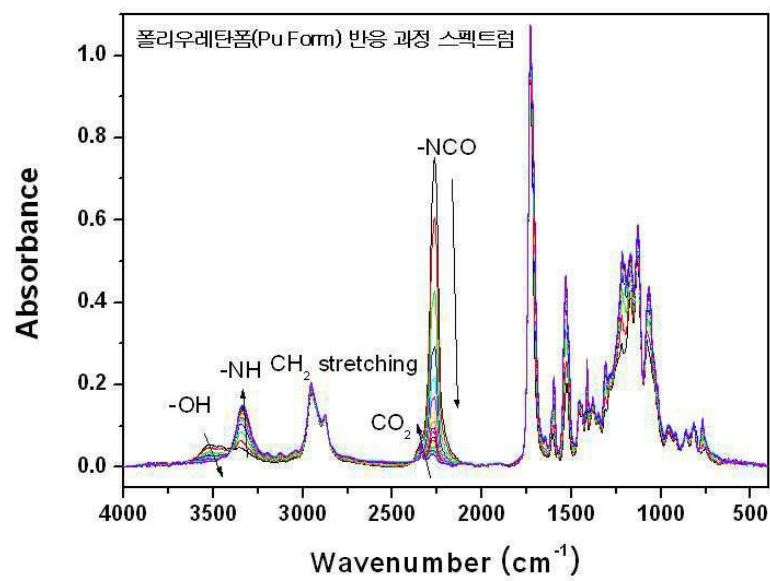
[0026]	100: FTIR-ATR 부대장치	110: 챔버
[0027]	120: 감쇠 전반사기	130: 광원부
[0028]	140: 제1반사경	150: 제2반사경
[0029]	160: 검출부	170: 반응기
[0030]	171: 개방홀	180: 교반기
[0031]	191: 히터	192: 쿨러
[0032]	193: 히팅 컨트롤러	194: 쿨링 컨트롤러
[0033]	195: 단열층	

도면

도면1



도면2



도면3

