



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0159911
(43) 공개일자 2023년11월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 13/00 (2006.01) G01P 5/08 (2006.01)
G01Q 60/30 (2010.01)
(52) CPC특허분류
G01N 13/00 (2013.01)
G01P 5/08 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0059272
(22) 출원일자 2022년05월16일
심사청구일자 2022년05월16일

(71) 출원인
울산과학기술원
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50
(72) 발명자
신형준
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50
한희준
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50
(74) 대리인
특허법인(유한)아이시스

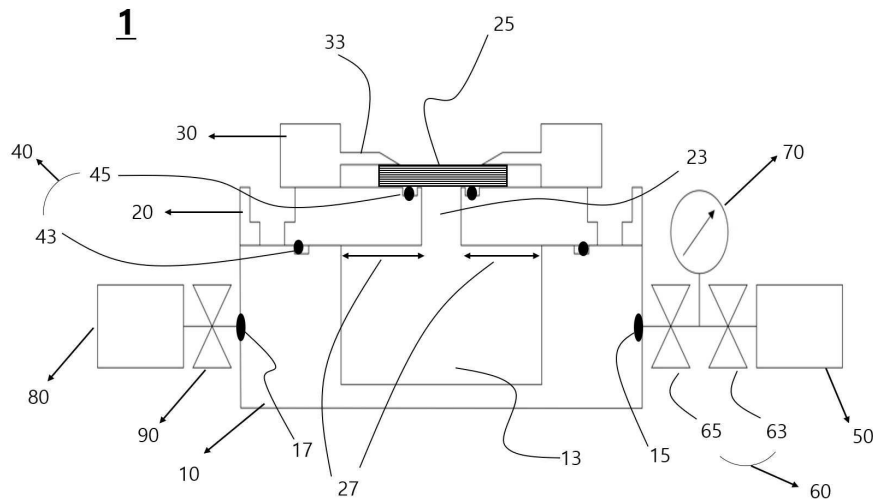
전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 기체확산속도 측정장치 및 이를 이용한 기체확산속도 측정방법

(57) 요약

기체확산속도 측정장치 및 이를 이용한 기체확산속도 측정방법에 관한 것으로써, 시료금속 내 개별적인 다수 상의 각각의 기체확산계수를 고압조건에서도 측정이 가능한 것을 확인할 수 있는 바, 높은 공간적 분해능으로 기체확산속도를 측정할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

G01Q 60/30 (2013.01)

G01N 2013/003 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

기체를 수용하는 수용공간, 및 상기 수용공간과 연결되어 기체를 유입하는 유입구를 포함하는 하부;

상기 하부 상에 위치하고, 상기 수용공간에 수용된 기체가 수직으로 유동하도록 형성된 유동공간, 및 상기 유동공간에서 유동된 기체가 통과되도록 위치한 시료금속을 포함하는 중부;

상기 중부 상에 위치하고, 상기 시료금속을 지지하는 지지체를 포함하는 상부; 및

상기 상부로부터 이격되게 위치하여, 유동된 기체가 통과되는 시료금속의 표면전위를 측정하는 측정부;를 포함하는 것을 특징으로 하는 기체확산속도 측정장치.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 시료금속의 두께는 $250\mu\text{m}$ 초과 1.5mm 이하인 것인 기체확산속도 측정장치.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 시료금속의 밀도는 $1.74\text{g}/\text{cm}^3$ 내지 $11.9\text{g}/\text{cm}^3$ 인 것인 기체확산속도 측정장치.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 하부와 중부 사이에 위치하여, 수용공간에서 유동공간으로 기체가 이동할 때 기체의 유출을 막는 제1 유출부를 더 포함하는 것인 기체확산속도 측정장치.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 중부의 유동공간 외의 영역과 시료금속 사이에 위치하여, 유동공간에서 시료금속으로 기체가 통과될 때 기체의 유출을 막는 제2 유출부를 더 포함하는 것인 기체확산속도 측정장치.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 유입구와 연결되어, 기체를 저장하는 저장부; 유입구로 유입되는 기체를 조절하는 조절밸브; 및 유입구로 유입되는 기체의 압력을 측정하는 압력계;를 더 포함하는 것인 기체확산속도 측정장치.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 조절밸브는 2개 이상이고,

상기 압력계는 상기 2개 이상의 조절밸브 사이에 위치하는 것인 기체확산속도 측정장치.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 하부 내 유입구과 대응되게 위치하여, 유입된 기체를 배출하는 배출구를 더 포함하는 것인 기체확산속도

측정장치.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 배출구와 연결되어, 상기 수용공간의 내부압력을 감소시키는 펌프; 및 상기 배출구와 펌프 사이에 개폐를 조절하는 개폐밸브;를 더 포함하는 것인 기체확산속도 측정장치.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 측정부는 원자힘 현미경(Atomic force microscopy; AFM)인 것인 기체확산속도 측정장치.

청구항 11

기체확산속도 측정장치를 이용하여,

상기 하부의 수용공간에 기체를 유입시키는 단계;

상기 유입된 기체가 중부의 유동공간에 유동되는 단계;

상기 유동되는 기체가 시료금속을 투과되는 단계; 및

상기 투과된 시료금속의 표면전위를 상기 측정부가 측정하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 기체확산속도 측정방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 하부의 수용공간에 기체를 유입시키는 단계는

상기 펌프를 가동시키는 단계;

상기 개폐밸브를 잠그는 단계;

상기 조절밸브를 여는 단계; 및

상기 저장부 내 기체가 하부의 유입구로 유입되는 단계;를 포함하는 것인 기체확산속도 측정방법.

청구항 13

제11항에 있어서,

상기 측정부는 원자힘 현미경(Atomic force microscopy; AFM)인 것인 기체확산속도 측정방법.

청구항 14

제11항에 있어서,

상기 투과된 시료금속의 표면전위를 시간에 따라 측정하는 것인 기체확산속도 측정방법.

청구항 15

제11항에 있어서,

상기 측정된 표면전위를 확산이론에 적용하여 확산계수를 도출하는 것인 기체확산속도 측정방법.

발명의 설명

기술 분야

시료금속 내 개별적인 다수 상의 기체확산속도를 높은 공간적 분해능으로 측정할 수 있는 기체확산속도 측정장치 및 이를 이용한 기체확산속도 측정방법에 관한 것이다.

[0001]

배경 기술

- [0002] 현재 생산되는 90%이상의 수소는 화석연료로 생성되는 부산물인 탄화수소를 통해 생성된다. 이때, 탄화수소 등 부산물을 포함한 다양한 기체로부터 수소를 분리하기 위해선 수소 분리막의 분리기술이 가장 중요한 요소이다. 따라서, 고압의 수소가 빠르게 이동하는 분리막을 설계하는 것은 효율적인 대량 생산에 필수불가결하다. 한편, 연료전지에서 수소 이동 속도는 전지의 성능에 영향을 주는 것으로 알려져 있다. 따라서, 수소 분리막 또는 연료전지에 사용되는 물질에서 수소의 확산속도를 측정하는 것은 수소 생산 및 연료 전지의 성능에 영향을 확인할 수 있는 중요한 단계로 볼 수 있다.
- [0003] 기존에 수소와 같은 기체확산속도를 측정방법은 기체 혹은 용액상에서 확산속도를 측정할 수 있었다. 다만, 일반적으로 물질의 확산속도는 그 물질의 단상/다상, 결정구조, 또는 결정립의 크기 등 물질 내 공간의 다양성에 따라 변할 수 밖에 없으나, 종래의 기체확산속도 측정방법은 공간적 분해능이 없으므로 시료금속 내 다양한 개별적인 다수 상의 확산속도를 다양한 공간에 따라 해석할 수 없고, 평균적인 확산계수만을 구할 수 밖에 없는 문제점이 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0004] (특허문헌 0001) 대한민국 등록실용신안공보 제20-0279391호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0005] 상기 문제점을 해결하기 위한 목적은 다음과 같다.
- [0006] 시료금속 내 공간에 따른 개별적인 다수 상 각각의 기체확산계수를 측정하여 기체확산속도를 측정할 수 있는 기체확산속도 측정장치 및 상기 기체확산속도 측정장치를 이용한 기체확산속도 측정방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0007] 일 측면에 따른 기체확산속도 측정장치는 기체를 수용하는 수용공간, 및 상기 수용공간과 연결되어 기체를 유입하는 유입구를 포함하는 하부; 상기 하부 상에 위치하고, 상기 수용공간에 수용된 기체가 수직으로 유동하도록 형성된 유동공간, 및 상기 유동공간에서 유동된 기체가 투과되도록 위치한 시료금속을 포함하는 중부; 상기 중부 상에 위치하고, 상기 시료금속을 지지하는 지지체를 포함하는 상부; 및 상기 상부로부터 이격되게 위치하여, 유동된 기체가 투과되는 시료금속의 표면전위를 측정하는 측정부;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0008] 상기 시료금속의 두께는 250 μm 초과 1.5mm 이하일 수 있다.
- [0009] 상기 시료금속의 밀도는 1.74g/cm³ 내지 11.9g/cm³ 일 수 있다.
- [0010] 상기 하부와 중부 사이에 위치하여, 수용공간에서 유동공간으로 기체가 이동할 때 기체의 유출을 막는 제1 유출부를 더 포함할 수 있다.
- [0011] 상기 중부의 유동공간 외의 영역과 시료금속 사이에 위치하여, 유동공간에서 시료금속으로 기체가 투과될 때 기체의 유출을 막는 제2 유출부를 더 포함할 수 있다.
- [0012] 상기 유입구와 연결되어, 기체를 저장하는 저장부; 유입구로 유입되는 기체를 조절하는 조절밸브; 및 유입구로 유입되는 기체의 압력을 측정하는 압력계;를 더 포함할 수 있다.
- [0013] 상기 조절밸브는 2개 이상이고, 상기 압력계는 상기 2개 이상의 조절밸브 사이에 위치할 수 있다.
- [0014] 상기 하부 내 유입구와 대응되게 위치하여, 유입된 기체를 배출하는 배출구를 더 포함할 수 있다.
- [0015] 상기 배출구와 연결되어, 상기 수용공간의 내부압력을 감소시키는 펌프; 및 상기 배출구와 펌프 사이에 개폐를

조절하는 개폐밸브;를 더 포함할 수 있다.

[0016] 상기 측정부는 원자힘 현미경(Atomic force microscopy; AFM)일 수 있다.

[0017] 다른 일 측면에 따른 기체확산속도 측정방법은 기체확산속도 측정장치를 이용하여, 상기 하부의 수용공간에 기체를 유입시키는 단계; 상기 유입된 기체가 중부의 유동공간에 유동되는 단계; 상기 유동되는 기체가 시료금속을 투과되는 단계; 및 상기 투과된 시료금속의 표면전위를 상기 측정부가 측정하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0018] 상기 하부의 수용공간에 기체를 유입시키는 단계는 상기 펌프를 가동시키는 단계; 상기 개폐밸브를 잠그는 단계; 상기 조절밸브를 여는 단계; 및 상기 저장부 내 기체가 하부의 유입구로 유입되는 단계;를 포함할 수 있다.

[0019] 상기 기체확산속도 측정방법은 상기 투과된 시료금속의 표면전위를 시간에 따라 측정할 수 있다.

[0020] 상기 기체확산속도 측정방법은 상기 측정된 표면전위를 확산이론에 적용하여 확산계수를 도출할 수 있다.

발명의 효과

[0021] 일 측면에 따른 기체확산속도 측정장치는 시료금속 내 개별적인 다수 상의 각각의 기체확산계수를 고압조건에서 도 측정할 수 있어 높은 공간적 분해능으로 기체확산속도를 측정할 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0022] 도 1은 일 실시예에 따른 기체확산속도 측정장치(1)의 개략적인 단면도이다.

도 2는 일 실시예에 따른 기체확산속도 측정장치(1) 내 하부(10), 중부(20), 및 상부(30)의 개략적인 분해도이다.

도 3는 실험에 2의 시료금속에 대한 표면 형상 이미지이다.

도 4은 실험에 2의 시료금속에 대한 시간에 따른 표면전위를 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0023] 이상의 목적들, 다른 목적들, 특징들 및 이점들은 첨부된 도면과 관련된 이하의 바람직한 실시예들을 통해서 쉽게 이해될 것이다. 그러나 여기서 설명되는 실시예들에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있다. 오히려, 여기서 소개되는 실시예들은 개시된 내용이 철저하고 완전해질 수 있도록 그리고 통상의 기술자에게 기술적 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 제공되는 것이다.

[0024] 각 도면을 설명하면서 유사한 참조부호를 유사한 구성요소에 대해 사용하였다. 첨부된 도면에 있어서, 구조물들의 치수는 본 발명의 명확성을 위하여 실제보다 확대하여 도시한 것이다. 제1, 제2 등의 용어는 다양한 구성요소들을 설명하는데 사용될 수 있지만, 상기 구성요소들은 상기 용어들에 의해 한정되어서는 안 된다. 상기 용어들은 하나의 구성요소를 다른 구성요소로부터 구별하는 목적으로만 사용된다. 예를 들어, 본 발명의 권리 범위를 벗어나지 않으면서 제1 구성요소는 제2 구성요소로 명명될 수 있고, 유사하게 제2 구성요소도 제1 구성요소로 명명될 수 있다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다.

[0025] 본 명세서에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서 상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 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. 또한, 층, 막, 영역, 판 등의 부분이 다른 부분 "상에" 있다고 할 경우, 이는 다른 부분 "바로 위에" 있는 경우뿐만 아니라 그 중간에 또 다른 부분이 있는 경우도 포함한다. 반대로 층, 막, 영역, 판 등의 부분이 다른 부분 "하부에" 있다고 할 경우, 이는 다른 부분 "바로 아래에" 있는 경우뿐만 아니라 그 중간에 또 다른 부분이 있는 경우도 포함한다.

[0026] 달리 명시되지 않는 한, 본 명세서에서 사용된 성분, 반응 조건, 폴리머 조성물 및 배합물의 양을 표현하는 모든 숫자, 값 및/또는 표현은, 이러한 숫자들이 본질적으로 다른 것들 중에서 이러한 값을 얻는 데 발생하는 측정의 다양한 불확실성이 반영된 근사치들이므로, 모든 경우 "약"이라는 용어에 의해 수식되는 것으로 이해되어야 한다. 또한, 본 기재에서 수치범위가 개시되는 경우, 이러한 범위는 연속적이며, 달리 지적되지 않는 한 이러한 범위의 최소값으로부터 최대값이 포함된 상기 최대값까지의 모든 값을 포함한다. 더 나아가, 이러한 범위

가 정수를 지칭하는 경우, 달리 지적되지 않는 한 최소값으로부터 최대값이 포함된 상기 최대값까지를 포함하는 모든 정수가 포함된다.

[0027] 본 명세서에 있어서, 범위가 변수에 대해 기재되는 경우, 상기 변수는 상기 범위의 기재된 종료점들을 포함하는 기재된 범위 내의 모든 값들을 포함하는 것으로 이해될 것이다. 예를 들면, "5 내지 10"의 범위는 5, 6, 7, 8, 9, 및 10의 값들뿐만 아니라 6 내지 10, 7 내지 10, 6 내지 9, 7 내지 9 등의 임의의 하위 범위를 포함하고, 5.5, 6.5, 7.5, 5.5 내지 8.5 및 6.5 내지 9 등과 같은 기재된 범위의 범주에 타당한 정수들 사이의 임의의 값도 포함하는 것으로 이해될 것이다. 또한 예를 들면, "10% 내지 30%"의 범위는 10%, 11%, 12%, 13% 등의 값들과 30%까지를 포함하는 모든 정수들뿐만 아니라 10% 내지 15%, 12% 내지 18%, 20% 내지 30% 등의 임의의 하위 범위를 포함하고, 10.5%, 15.5%, 25.5% 등과 같이 기재된 범위의 범주 내의 타당한 정수들 사이의 임의의 값도 포함하는 것으로 이해될 것이다.

[0029] 종래 기체확산측정 기술은 공간적 분해능이 없으므로 시료금속 내 다양한 개별적인 다수 상의 확산속도를 다양한 공간에 따라 해석할 수 없고, 평균적인 확산계수만을 구할 수 밖에 없는 문제점이 있었다.

[0030] 이에 본 발명자들은 상기 문제점을 해결하기 위해 예의 연구한 결과, 기체를 유출부를 통해 유출시키지 않으면서도 고압에서도 효율적으로 시료물질에 기체를 투과시키고, 측정부를 원자힘 현미경(Atomic force microscopy; AFM)을 사용하여 기체가 투과되는 시료금속 내 다수 상의 표면전위를 측정하는 기체확산속도 측정장치를 사용하여 시료금속 내 개별적인 다수 상의 각각의 기체확산계수를 고압조건에서도 측정이 가능하여 높은 공간적 분해능을 갖는다는 것을 발견하고 이를 완성하였다.

[0032] 도 1은 일 실시예에 따른 기체확산속도 측정장치(1)의 개략적인 단면도이다. 또한, 도 2는 일 실시예에 따른 기체확산속도 측정장치(1) 내 하부(10), 중부(20), 및 상부(30)의 개략적인 분해도이다.

[0033] 이를 참고하면, 기체를 수용하는 수용공간(13), 및 상기 수용공간과 연결되어 기체를 유입하는 유입구(15)를 포함하는 하부(10); 상기 하부(10) 상에 위치하고, 상기 수용공간(13)에 수용된 기체가 수직으로 유동하도록 형성된 유동공간(23), 및 상기 유동공간(23)에서 유동된 기체가 투과되도록 위치한 시료금속(25)을 포함하는 중부(20); 상기 중부(20) 상에 위치하고, 상기 시료금속을 지지하는 지지체(33)를 포함하는 상부(30); 및 상기 상부(30)로부터 이격되게 위치하여, 유동된 기체가 투과되는 시료금속(25)의 표면전위를 측정하는 측정부(미도시);를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0034] 추가적으로, 유출부(40)를 더 포함할 수 있고, 구체적으로, 상기 하부(10)와 중부(20) 사이에 위치하여, 하부(10)의 수용공간(13)에서 유동공간(23)으로 이동할 때 기체의 유출을 막는 제1 유출부(43); 및 상기 중부(20)의 유동공간 이외 영역(27)과 시료금속(25) 사이에 위치하여, 유동공간(23)에서 시료금속(25)으로 투과될 때 기체의 유출을 막는 제2 유출부(45);를 더 포함할 수 있다.

[0035] 또한, 상기 유입구(15)와 연결되어, 기체를 저장하는 저장부(50); 유입구(15)로 유입되는 기체를 조절하는 조절밸브(60); 및 유입구로 유입되는 기체의 압력을 측정하는 압력계(70);를 더 포함할 수 있다.

[0036] 구체적으로, 상기 조절밸브(60)는 2개 이상일 수 있고, 상기 압력계(70)는 상기 2개 이상의 조절밸브(60) 사이에 위치할 수 있다.

[0037] 일 실시예에 따라, 저장부(50)에서 하부(10)를 향하는 방향을 기준으로, 제1 조절밸브(63), 압력계(70), 및 제2 조절밸브(65)가 차례로 위치할 수 있다.

[0038] 또한, 상기 하부(10) 내 유입구(15)과 대응되게 위치하여, 유입된 기체를 배출하는 배출구(17)를 더 포함할 수 있다.

[0039] 일 실시예에 따라, 상기 배출구(17)와 연결되어, 상기 수용공간(13)의 내부압력을 감소시키는 펌프(80); 및 상기 배출구(17)와 펌프(80) 사이에 개폐를 조절하는 개폐밸브(90);를 더 포함할 수 있다.

[0040] 상기 측정부(미도시)는 상기 상부(30)로부터 이격되게 위치하여, 유동된 기체가 투과되는 시료금속(25) 내 개별적인 상의 표면전위를 각각 측정할 수 있는 특징이 있고, 바람직하게는, 원자힘 현미경(Atomic force microscopy; AFM)의 Kelvin probe 방법을 통해 시료금속(25) 내 개별적인 상의 형상 및 표면 전위를 측정할 수 있고, 측정결과인 시간에 따른 표면전위 값을 확산이론에 적용하여 시료금속(25) 내 개별적인 상의 기체확산계

수를 높은 공간적 분해능으로 측정할 수 있는 특징이 있다.

- [0041] 일 실시예에 따른 기체확산속도 측정장치를 이용한 기체확산속도 측정방법은 하기와 같다.
- [0042] 구체적으로, 상기 하부의 수용공간에 기체를 유입시키는 단계(S10); 상기 유입된 기체가 중부의 유동공간에 유동되는 단계(S20); 상기 유동되는 기체가 시료금속을 투과되는 단계(S30); 및 상기 투과된 시료금속의 표면전위를 상기 측정부가 측정하는 단계(S40);를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0043] 상기 하부의 수용공간에 기체를 유입시키는 단계(S10)는 기체를 수용공간에 유입시켜 시료금속을 투과시키 위한 준비단계일 수 있다.
- [0044] 일 실시예에 따라, 제1 조절밸브를 잠그고, 제2 조절밸브와 개폐밸브를 여는 단계를 먼저 수행할 수 있다. 그 다음, 펌프를 가동시켜 수용공간의 압력을 낮출 수 있다. 그 다음, 개폐밸브를 잠그고, 제1 조절밸브를 열어 상기 저장부 내 기체를 하부의 유입구로 유입시켜, 최종적으로, 하부의 수용공간에 기체를 유입시킬 수 있다.
- [0045] 이때, 일 실시예에 따라, 상기 압력계(70)는 부르동 게이지로 기체의 압력을 측정할 수 있고, 제1 조절밸브(63)의 조절에 따라 유입되는 기체의 압력을 조절할 수 있는 특징이 있다.
- [0046] 상기 유입된 기체가 중부의 유동공간에 유동되는 단계(S20)는 하부의 수용공간에 유입되어 수용된 기체가 일정 압력을 유지하면서 중부의 유동공간에 수직으로 유동되면서 유동공간 상부에 위치한 시료금속에 투과될 수 있다.
- [0047] 이때, 하부의 수용공간에 위치한 기체가 중부의 유동공간으로 수직으로 이동하면서 하부와 상부 사이의 틈으로 기체가 유출될 수 있는 문제점이 있을 수 있다.
- [0048] 이에, 하부의 수용공간에서 중부의 유동공간으로 이동할 때 기체의 유출을 막는 제1 유출부를 포함할 수 있다.
- [0049] 일 실시예에 따라, 상기 제1 유출부는 하부의 수용공간 이외 영역 중 상측과 중부의 유동공간 이외 영역 중 하측 사이에 위치하여 기체 유출을 막을 수 있다.
- [0050] 이때, 제1 유출부는 AS-568-027 및 Buna-N(Nitrile)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상일 수 있다. 이에 따라, 제1 유출부는 하부와 중부에서 새어나올 수 있는 기체의 압력에 따른 변형이 일어나 버퍼역할을 수행함으로써, 수용공간 내부에서의 기체압력을 유지시키면서도 기체유출로 일어날 수 있는 기계적 진동을 방지할 수 있는 특징이 있다.
- [0051] 상기 유동되는 기체가 시료금속을 투과되는 단계(S30)는 수용공간에서 유동공간으로 유동되는 기체가 시료금속을 투과하여, 시료금속 내 공간에 따른 개별적인 다수 상 각각의 표면전위가 측정가능한 단계이다.
- [0052] 상기 시료금속은 기체확산속도를 측정하고자 하는 금속이라면 그 종류는 특별하게 제한되지 않고, 예를 들어, 단일금속 또는 합금일 수 있고, 첨가성분이 포함된 합금일 수도 있다.
- [0053] 일 실시예에 따라, 상기 시료금속은 Poly crystal Mg(Pd, duplex steel); $Ti_{47}Fe_{47}$; 및 $ZrMn_2$, ZrV_2 , Zr, 또는 $ZrCr_2$ 를 소량 포함하는 $Ti_{47}Fe_{47}$;로 이루어지는 군으로부터 선택된 1종 이상의 금속일 수 있다.
- [0054] 한편, 상기 시료금속은 일정 이상의 압력을 갖는 기체를 투과시켜야 하므로 일정 두께와 일정 밀도를 가져야 효율적으로 기체확산속도를 측정할 수 있다.
- [0055] 일 실시예에 따라, 상기 시료금속의 두께는 $250\mu m$ 초과 $1.5mm$ 이하인 것일 수 있고, 바람직하게는, $0.90mm$ 내지 $1.1mm$ 일 수 있다. 상기 범위를 벗어나, 시료금속의 두께가 너무 얇으면 고압의 기체로 얇은 막이 부풀어 올라 측정이 불가능한 단점이 있고, 두꺼운 시료에서 수소 투과에 장시간이 필요한 단점이 있다.
- [0056] 일 실시예에 따라, 상기 시료금속의 밀도는 $1.74g/cm^3$ 내지 $11.9g/cm^3$ 일 수 있다. 상기 범위를 벗어나, 시료금속의 밀도가 너무 낮으면 측정에 요구되는 시간보다 수소가 빠르게 움직이면 정확한 확산속도를 측정 못하는 단점이 있고, 시료금속의 밀도가 너무 높으면 수소 확산 속도가 낮은 단점이 있다.
- [0057] 또한, 중부의 유동공간에 위치한 기체가 중부의 시료금속을 투과할 때 일부 투과하지 않는 기체는 유동공간과 시료금속 사이의 틈으로 기체가 유출될 수 있는 문제점이 있을 수 있다.
- [0058] 이에, 중부의 유동공간에서 중부의 시료금속을 투과할 때 기체의 유출을 막는 제2 유출부를 포함할 수 있다.
- [0059] 일 실시예에 따라, 상기 제2 유출부는 중부의 유동공간 이외 영역 중 상측과 중부의 시료금속이 맞닿는 부분 사

이에 위치하여 기체 유출을 막을 수 있다.

[0060] 이때, 제2 유출부는 AS-568-027 및 Buna-N(Nitrile)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상일 수 있다. 이에 따라, 제2 유출부는 중부의 유동공간과 중부의 금속시료에서 새어나올 수 있는 기체의 압력에 따른 변형이 일어나 버퍼역할을 수행함으로써, 수용공간 내부에서의 기체압력을 유지시키면서도 기체유출로 일어날 수 있는 기계적 진동을 방지할 수 있는 특징이 있다.

[0061] 상기 투과된 시료금속의 표면전위를 상기 측정부가 측정하는 단계(S40)는 종전 단계에 따라 기체가 시료금속에 투과됨에 따라, 투과된 시료금속 내 공간에 따라 변화된 각각의 개별적인 다수 상의 표면전위를 시간에 따라 측정하는 단계이다.

[0062] 일 실시예에 따라, 측정부로 원자힘 현미경(Atomic force microscopy; AFM)을 사용하여 투과된 시료금속 내 공간에 따라 변화된 각각의 개별적인 다수 상의 표면전위를 측정할 수 있다. 구체적으로, AFM의 Tip이 기체에 투과되고 있는 시료금속의 표면을 스캔하면 cantilever에 반사된 레이저의 세기 및 위치가 PSPD에 전달된다. 동시에, AFM feedback에 의해 탐침이 측정하는 전기적 신호가 표면전위를 측정한다.

[0063] 추가적으로, 상기 측정된 표면전위는 확산이론에 적용하여 최종적으로, 각각의 개별적인 다수 상의 기체확산계수를 도출할 수 있다.

[0064] 구체적으로, 하기 수학적 1의 관계를 하기 수학적 2에 적용하여 데이터를 피팅하여 최종적으로 각각의 기체확산계수를 도출할 수 있고, 기체확산계수를 통해 수학적 3의 과정으로 최종적으로 기체확산속도를 측정할 수 있다.

수학적 1

$$P(x,t) = \alpha \times C(x,t)$$

[0065]

수학적 2

$$\frac{C(x,t) - C_0}{C_s - C_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \Rightarrow \frac{C(x,t)}{C_s} = \frac{P(x,t)}{P_s} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)$$

[0066]

수학적 3

$$t_L = \frac{x^2}{6D} \Rightarrow \text{확산속도} = \frac{x}{t_L}$$

[0067]

[0068] x: 시료 두께

[0069] C(x,t): 시간, 위치에 따른 수소 농도

[0070] P(x,t): 시간, 위치에 따른 표면 전위

[0071] 즉, 일 측면에 따른 기체확산속도 측정장치는 시료금속 내 개별적인 다수 상의 각각의 기체확산계수를 고압조건에서도 측정이 가능하여 높은 공간적 분해능으로 기체확산속도를 측정할 수 있는 바, 연료전지 분야 및 수소분리막 등에 효과적으로 적용될 수 있을 것이다.

[0073] 이하 실시예를 통해 본 발명을 보다 구체적으로 설명한다. 하기 실시예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 예시에 불과하며, 본 발명의 범위가 이에 한정되는 것은 아니다.

[0075] 실시예 : 기체확산속도 측정장치 준비

[0076] 각각 일 실시예에 전술한 구조에 따라 공구강 금속으로 형성된 하부, 중부, 및 상부를 준비하였다. 또한, 제1 유출부 및 제2 유출부는 Buna-N(Nitrile 인 성분인) 오링을 각각 내경 33.05 mm, 6.07 mm 및 두께 1.78 mm 크기로 준비하여 위치시켰다.

[0077] 또한, 저장부는 hydrogen gas (Sigma-Aldrich, 769088), 조절밸브는 dosing valve (Sigma-Aldrich, Z742375), 압력계는 부르동 게이지, 펌프는 로터리 펌프, 및 개폐밸브는 볼밸브로 준비하였다. 한편, 측정부로는 XE-70 (Park systems)인 원자힘 현미경(Atomic force microscopy; AFM)을 사용하였다.

[0078] 그리고, 투과하는 기체로 수소(H₂)를 준비하였다.

[0080] 실험예 1 : 기체확산속도 측정을 위한 시료금속의 조건 검토

[0081] 실시예에 따라 기체확산속도 측정장치를 준비하고 하기 표에 따라 시료금속을 준비하고 시료금속의 두께와 기체 압력을 달리하여 표면전위 측정이 가능한지 검토하였다.

표 1

기체(H ₂)압력	시료금속 두께	시료금속 종류
NA	250 μm	Polycrystal Mg foil
3.5 bar	1 mm	Polycrystal Mg
2.5 bar	1 mm	Ti ₄₇ Fe ₄₇ Zr ₆
2.5 bar	1 mm	Ti ₄₇ Fe ₄₇ Zr ₂ V ₄
2.5 bar	1 mm	Ti ₄₇ Fe ₄₇ Zr ₂ Cr ₄
3.3 bar	1 mm	Ti ₄₇ Fe ₄₇ Zr ₂ Mn ₄

[0083] 표면전위 측정 결과, Polycrystal Mg foil의 경우 낮은 기계적 물성으로 금속이 쉽게 부풀어 측정이 불가하였다. 다만, 나머지 시료금속으로 측정한 경우는 표면형상이 크게 변하지 않았고, 수소투과에 따른 표면전위 측정이 용이한 것을 확인할 수 있었다.

[0084] 즉, 일 실시예에 따른 기체확산속도 측정장치를 통해 시료금속의 표면전위를 측정하기 위해선, 250 μm 초과 1.5mm 이하의 두께를 가지고, 1.74g/cm³ 내지 11.9g/cm³의 밀도를 갖는 시료금속으로 측정해야 하며, 이에 따라 기체압력은 최대 3.5bar까지 유지해야 한다는 것을 확인할 수 있었다.

[0086] 실험예 2 : 시료금속 내 다수 상에 대한 기체확산계수 측정

[0087] 실시예에 따라 기체확산속도 측정장치를 준비하고 두께 1 (mm)인 시료금속으로 TiFe+6at%Zr(밀도 5.66g/cm³), TiFe+6wt%ZrV₂(밀도 7.51g/cm³), TiFe+6wt%ZrCr₂(밀도 4.75g/cm³), TiFe+6wt%ZrMn₂(밀도 4.75g/cm³) 을 각각 준비하고, 수소기체를 2.5-3.5bar의 압력으로 유지시켜 표면전위를 측정하고, 각각 시료금속의 모상(Host matrix) 및 이차상(Secondary phase)에 대한 표면전위 결과를 도 3 및 도 4에 나타내었다.

[0088] 구체적으로, 도 3는 실험예 2의 시료금속에 대한 표면 전위 이미지이다. 또한 도 4은 실험예 2의 시료금속에 대한 시간에 따른 표면전위를 나타낸 그래프이다.

[0089] 그 다음, 상기 도 5에 따라 측정된 상기 모상(Host matrix) 및 이차상(Secondary phase)에 대한 표면전위 측정값을 바탕으로 상기 수학적 식 1 및 수학적 식 2에 따라 확산계수를 계산한 뒤 그 결과를 하기 표 2 및 표 3에 나타내었다.

丑 2

[0090]

모상	확산계수 D (cm ² /s)	표면전위 P _s (mV)
6 wt% ZrMn2	1.60E-07	-80.4
6 wt% ZrV2	2.23E-07	-93.6
6 wt% Zr	3.08E-07	-200.8
6 wt% ZrCr2	2.35E-07	-236.1

II 3

[0091]

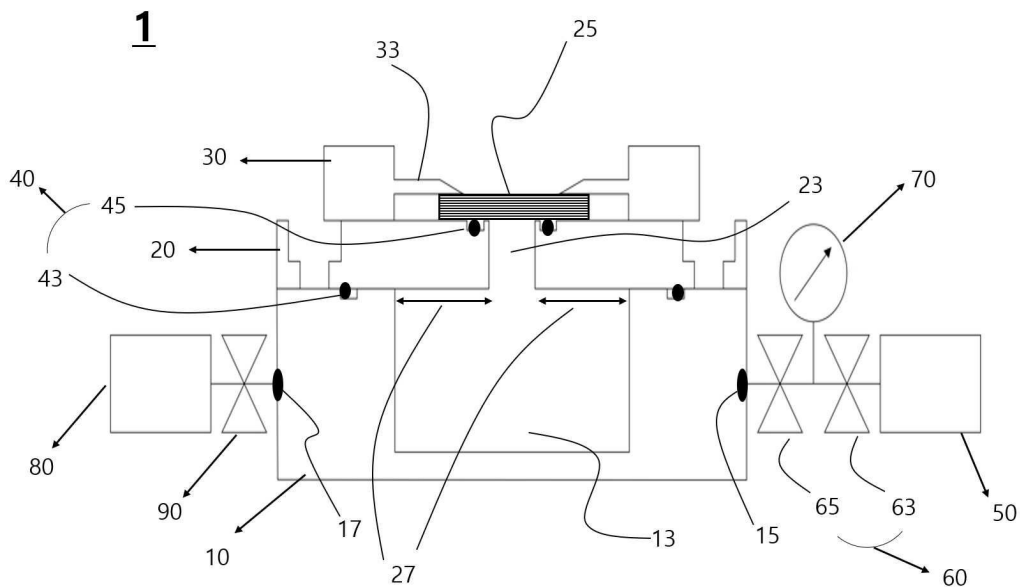
이차상	확산계수 D (cm ² /s)	표면전위 P _s (mV)
6 wt% ZrMn ₂	1.59E-07	-78.8
6 wt% ZrV ₂	2.22E-07	-135.8
6 wt% Zr	3.00E-07	-199.6
6 wt% ZrCr ₂	2.59E-07	-253.9

[0092]

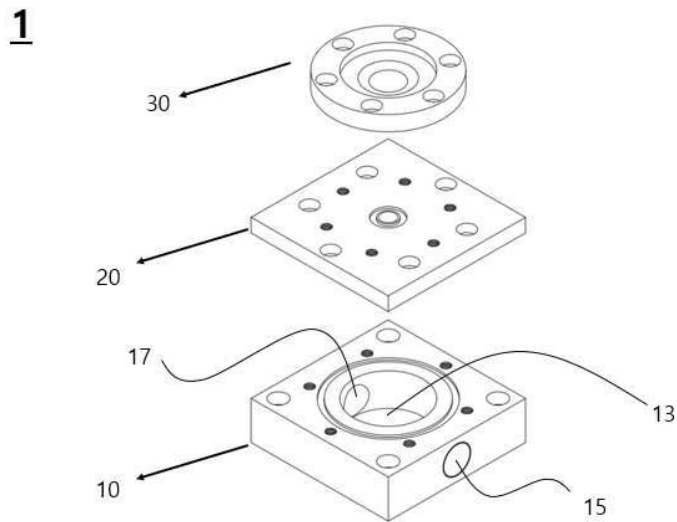
즉, 일 측면에 따른 기체확산속도 측정장치는 시료금속 내 개별적인 다수 상의 각각의 기체확산계수를 고압조건에서도 측정이 가능한 것을 확인할 수 있는 바, 높은 공간적 분해능으로 기체확산속도를 측정할 수 있는 장점이 있다.

도면

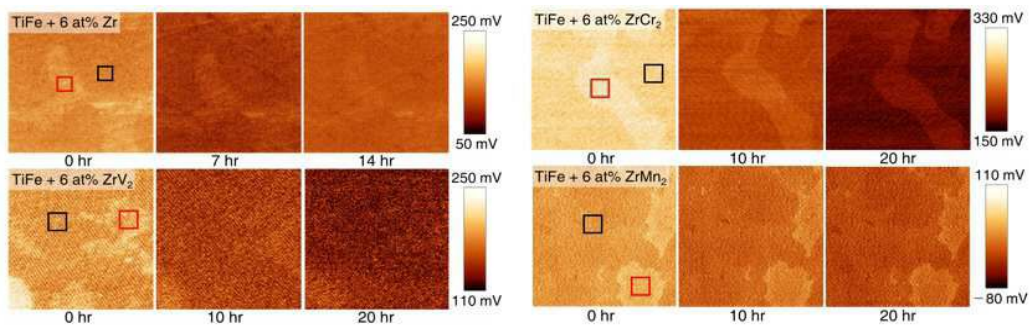
도면1



도면2



도면3



도면4

