



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0027627
(43) 공개일자 2022년03월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 1/22 (2006.01) G01N 1/24 (2006.01)
G01N 1/42 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G01N 1/2202 (2013.01)
G01K 1/026 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-0108726
(22) 출원일자 2020년08월27일
심사청구일자 2020년08월27일

(71) 출원인
경상국립대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
문제영
경기도 안성시 공도읍 신두만곡로 155
(72) 발명자
오현철
경상남도 진주시 내동면 내동로139번길 6 경남과
학기술대학교종합농장
문제영
경기도 안성시 공도읍 신두만곡로 155
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김대현

전체 청구항 수 : 총 5 항

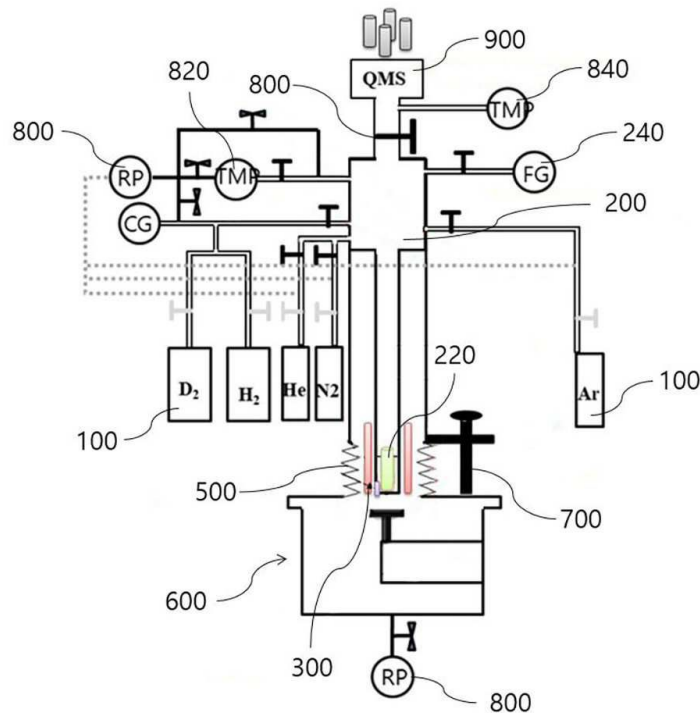
(54) 발명의 명칭 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법

(57) 요약

본 발명은 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법에 관한 것으로, 내부에 가스가 마련되며 내부에 위치하는 상기 가스의 공급량을 조절하는 밸브가 마련되는 다수개의 공급부; 상기 공급부와 연결되며, 하방에 샘플이 설치되도록 샘플홀더가 마련되는 메인챔버부; 상기 샘플홀더 하방 외주면에 마련되는 히

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



터; 상기 샘플홀더 하방에 상기 히터방향에 위치하며, 탈부착 가능하게 마련되어 상기 히터의 온도를 측정하는 제 1센서부; 상기 샘플홀더 하방에 탈부착 가능하게 마련되어 고온 측정 시 상기 샘플의 온도를 측정하는 제 2센서부; 상기 샘플홀더 하방에 탈부착 가능하게 마련되어 저온 측정 시 상기 샘플의 온도를 측정하는 제 3센서부; 상기 메인챔버부를 감싸도록 마련되어 상기 메인챔버부를 밀폐하고 상하로 길이 조절이 가능한 벨로우즈; 상기 벨로우즈 하단에 마련되며, 상기 벨로우즈와 탈부착 가능하게 마련되는 냉각부; 상기 냉각부 하단에 마련되며 상기 냉각부를 상하로 이동시키는 잭서포트; 상기 메인챔버부 및 상기 냉각부와 연결되며, 상기 메인챔버부 내부를 저진공 상태로 만들고, 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부를 저진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 로터리펌프; 상기 메인챔버부와 연결되어 상기 메인챔버부 내부를 고진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 제 1펌프부; 상기 메인챔버부와 연결되어 상기 샘플에서 탈착된 가스의 성분을 분석하며 밸브로 탈착된 가스의 이동을 조절하는 분석부; 상기 분석부와 연결되어 상기 분석부 내부를 고진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 제 2펌프부;로 구성되는 것을 특징으로 한다.

(52) CPC특허분류

G01N 1/24 (2013.01)

G01N 1/42 (2013.01)

G01N 33/0011 (2013.01)

G01N 2001/241 (2013.01)

조세연

경상남도 진주시 내동면 내동로139번길 6 경남과학기술대학교종합농장

(72) 발명자

정민지

경상남도 진주시 내동면 내동로139번길 6 경남과학기술대학교종합농장

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1425140393
과제번호	S2666792
부처명	중소벤처기업부
과제관리(전문)기관명	중소기업기술정보진흥원(연구마을사업단)
연구사업명	산학협력기술개발(R&D)
연구과제명	극저온 열탈착 분석 장비 국산화 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	에이스시스템즈
연구기간	2020.01.01 ~ 2020.10.31

명세서

청구범위

청구항 1

내부에 가스가 마련되며 내부에 위치하는 상기 가스의 공급량을 조절하는 밸브가 마련되는 다수개의 공급부;

상기 공급부와 연결되며, 하방에 샘플이 설치되도록 샘플홀더가 마련되는 메인챔버부;

상기 샘플홀더 하방 외주면에 마련되는 히터;

상기 샘플홀더 하방에 상기 히터방향에 위치하며, 탈부착 가능하게 마련되어 상기 히터의 온도를 측정하는 제 1 센서부;

상기 샘플홀더 하방에 탈부착 가능하게 마련되어 고온 측정 시 상기 샘플의 온도를 측정하는 제 2센서부;

상기 샘플홀더 하방에 탈부착 가능하게 마련되어 저온 측정 시 상기 샘플의 온도를 측정하는 제 3센서부;

상기 메인챔버부를 감싸도록 마련되어 상기 메인챔버부를 밀폐하고 상하로 길이 조절이 가능한 벨로우즈;

상기 벨로우즈 하단에 마련되며, 상기 벨로우즈와 탈부착 가능하게 마련되는 냉각부;

상기 냉각부 하단에 마련되며 상기 냉각부를 상하로 이동시키는 잭서포트;

상기 메인챔버부 및 상기 냉각부와 연결되며, 상기 메인챔버부 내부를 저진공 상태로 만들고, 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부를 저진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 로터리펌프;

상기 메인챔버부와 연결되어 상기 메인챔버부 내부를 고진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 제 1펌프부;

상기 메인챔버부와 연결되어 상기 샘플에서 탈착된 가스의 성분을 분석하며 밸브로 탈착된 가스의 이동을 조절하는 분석부;

상기 분석부와 연결되어 상기 분석부 내부를 고진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 제 2펌프부;로 구성되는 것을 특징으로 하는 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 샘플홀더는,

상기 공급부와 연결되며, 중공형의 원기둥형상으로 상부에는 플랜지가 형성되어 상기 메인챔버부 하방에 연결되는 몸체부;

상기 몸체부 하방에 마련되며, 구리 소재로 상부는 원기둥 형상이고 하부는 상부보다 더 큰 지름의 원기둥형상으로 마련되며 내부에 제 1공간이 형성되는 샘플캔;

상기 샘플캔 상부 외주면에 상기 샘플캔과 일체로 마련되는 고정부;

구리 소재로 상기 제 1공간에 마련되며, 원기둥 형상으로 내부에 제 2공간이 형성되는 하부플러그;

상기 제 1공간에 마련되고 상기 하부플러그 상방에 위치하며, 중공형의 원기둥 형상으로 상기 샘플캔과 연결되어 상기 하부플러그를 고정하는 상부플러그;

상기 챔버부와 상기 고정부를 연결하는 연결부;로 구성되는 것을 특징으로 하는 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 냉각부는,

상기 벨로우즈 하단에 탈부착 가능하게 마련되며, 내부에 일정간격 이격되어 내벽이 형성되는 진공챔버부;

상기 진공챔버부 내부에 마련되어 압축된 헬륨이 공급되어 저온을 발생시키는 냉동기;

상기 냉동기에 마련되어 상기 냉동기의 온도를 측정하는 제 4센서부;로 구성되는 것을 특징으로 하는 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치.

청구항 4

제 1항을 이용한 벨로우즈를 이용한 열탈착 분석 장치에 있어서,

샘플을 샘플홀더에 설치하며, 제 1센서부와 제 2센서부를 샘플홀더에 연결하고 제 3센서부를 진공챔버부의 내벽에 연결하는 제 1단계(L1);

벨로우즈와 냉각부를 고정하고 잭서포트로 상기 냉각부를 상기 샘플홀더로부터 하향시키는 제 2단계(L2);

상기 냉각부와 연결된 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부를 저진공 상태로 만드는 제 3단계(L3);

메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부를 저진공 상태로 만든 후 밸브를 닫고, 상기 제 1펌프부의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부를 고진공 상태로 만드는 제 4단계(L4);

설정된 온도까지 상기 히터의 온도를 상승시켜 상기 샘플을 전처리하여 표면에 흡착된 불순물을 제거하는 제 5단계(L5);

상기 샘플홀더가 상온이 될 때까지 온도를 하강시키는 제 6단계(L6);

상기 냉각부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 닫고, 배기밸브를 열어 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부의 압력이 대기압으로 되면 배기밸브를 닫는 제 7단계(L7);

상기 벨로우즈와 상기 냉각부를 분리하고, 상기 샘플홀더에 제 3센서부를 연결하는 제 8단계(L8);

상기 벨로우즈와 상기 냉각부를 고정하고, 상기 잭서포트로 상기 냉각부를 상기 샘플홀더 방향으로 상향시켜, 상기 샘플홀더와 상기 냉동기 상부가 접촉하는 제 9단계(L9);

상기 냉각부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부를 저진공 상태로 만드는 제 10단계(L10);

상기 제 1펌프부의 밸브를 닫고 공급부의 밸브를 열어 상기 샘플홀더 내부로 가스를 유입시킨 후 밸브를 닫는 제 11단계(L11);

설정된 온도까지 상기 냉동기의 온도를 하강시키는 제 12단계(L12);

상기 냉동기의 온도가 100K까지 도달하면 상기 냉각부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 잠그는 제 13단계(L13);

상기 샘플의 온도가 설정된 온도에 도달하면 상기 가스가 샘플에 흡착되는 제 14단계(L14);

상기 메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부에서 상기 샘플에 흡착되지 않은 잔여 가스를 배출시키는 제 15단계(L15);

상기 메인챔버부 내부의 압력이 0bar가 되면 상기 메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 잠그고, 상기 제 1펌프부의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부를 고진공 상태로 만드는 제 16단계(L16);

상기 분석부의 밸브를 열고 상기 제 1펌프부의 밸브를 잠그며, 설정된 온도까지 상기 히터의 온도를 상승시키는 제 17단계(L17);

상기 샘플에서 탈착된 가스를 상기 분석부에서 분석하는 제 18단계(L18);로 구성되는 것을 특징으로 하는 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법.

청구항 5

제 1항을 이용한 벨로우즈를 이용한 열탈착 분석 장치에 있어서,

샘플을 샘플홀더에 설치하며, 제 1센서부와 제 2센서부를 샘플홀더에 연결하고 제 3센서부를 진공챔버부의 내벽에 연결하는 제 1단계(H1);

벨로우즈와 냉각부를 고정하고 잭서포트로 상기 냉각부를 상기 샘플홀더로부터 하향시키는 제 2단계(H2);

상기 냉각부와 연결된 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부를 저진공 상태로 만드는 제 3단계(H3);

메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부를 저진공 상태로 만든 후 밸브를 닫고, 상기 제 1펌프부의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부를 고진공 상태로 만드는 제 4단계(H4);

설정된 온도까지 상기 히터의 온도를 상승시켜 상기 샘플을 전처리하여 표면에 흡착된 불순물을 제거하는 제 5단계(H5);

상기 제 1펌프부의 밸브를 닫고, 공급부의 밸브를 열어 상기 샘플홀더 내부로 가스를 유입시키고 밸브를 닫는 제 6단계(H6);

설정된 온도까지 상기 히터의 온도를 상승시키는 제 7단계(H7);

상기 샘플의 온도가 설정된 온도에 도달하면 상기 가스가 상기 샘플에 흡착되는 제 8단계(H8);

상기 메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부에서 상기 샘플에 흡착되지 않은 잔여 가스를 배출시키는 제 9단계(H9);

상기 메인챔버부 내부의 압력이 0bar가 되면 상기 메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 잠그고, 상기 제 1펌프부의 밸브를 열어 상기 메인챔버 내부를 고진공 상태로 만드는 제 10단계(H10);

상기 분석부의 밸브를 열고 상기 제 1펌프부의 밸브를 잠그며, 설정된 온도까지 히터의 온도를 상승시키는 제 11단계(H11);

상기 샘플에서 탈착된 가스를 상기 분석부에서 분석하는 제 12단계(H12);로 구성되는 것을 특징으로 하는 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법에 관한 것으로, 고온과 저온의 영역에서 열탈착 분석을 안정적으로 수행할 수 있다.

배경 기술

[0002] 열탈착분석장비는 시료에 흡착, 흡착되어 있던 기체가 온도가 증가함에 따라 탈착되고, 질량분석기에 의해 탈착된 기체에 대한 정량적인 데이터를 얻을 수 있는 장비이다.

[0003] 기존에 있는 열탈착분석장비의 측정가능한 온도 범위는 상온에서 고온(1000K)으로 화학적 흡착/탈착 연구만 가능하며 극저온(15K)의 온도범위에서 측정 가능한 동위원소 분리 연구, 저온 기체(He 등) 흡착 연구 등 물리적 흡/탈착 분석 분야에 적용할 수 없었다.

[0004] 극저온에서 측정 가능한 열탈착분석장비는 단일 기체(수소)와 극저온의 온도범위에서만 측정이 가능하며 고온을 요구하는 온도보정 표준물질을 측정할 수 없고, 극저온까지 낮추기 위하여 직접 쿨링 방식으로 초고가의 액체헬륨을 사용하여 비용적인 측면에서 비경제적이다.

[0005] 또한 기존의 열탈착분석장비는 온도범위가 고온 또는 극저온으로 한정적이기 때문에 다양한 종류(수소 동위원소, 헬륨, 질소, 아르곤, 메탄 등)의 기체에 대한 물리적 흡착 측정이 어렵다.

[0006] 고온에서 샘플을 전처리(activation)하거나 화학적 흡착/탈착 분석할 경우, 극저온냉동기(Cryo-cooler)의 성능 저하 및 파손이 우려되고 극저온냉동기(Cryo-cooler)에 설치된 저온용 온도센서(Si-diode)의 손상 우려가 있어

서 고온의 샘플홀더가 극저온냉동기(Cryo-cooler) 및 저온용 온도센서에 주는 영향을 최소화하기 위하여 분리되어야 한다. 분리과정에서 샘플홀더 하단에 열전달이 우수한 구리로 설치되어 있고 이러한 재질은 공기 중에 산화되는 우려가 있으므로 진공 상태로 유지되어야 한다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 등록특허 10-0846190호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 상술한 문제점을 해결하기 위한 것으로, 고온과 저온의 영역인 모든 범위에서 열탈착 분석을 안정적으로 수행할 수 있는 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0009] 상술한 목적을 달성하기 위한 것으로, 본 발명에 의한 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법은 내부에 가스가 마련되며 내부에 위치하는 상기 가스의 공급량을 조절하는 밸브가 마련되는 다수개의 공급부; 상기 공급부와 연결되며, 하방에 샘플이 설치되도록 샘플홀더가 마련되는 메인챔버부; 상기 샘플홀더 하방 외주면에 마련되는 히터; 상기 샘플홀더 하방에 상기 히터방향에 위치하며, 탈부착 가능하게 마련되어 상기 히터의 온도를 측정하는 제 1센서부; 상기 샘플홀더 하방에 탈부착 가능하게 마련되어 고온 측정 시 상기 샘플의 온도를 측정하는 제 2센서부; 상기 샘플홀더 하방에 탈부착 가능하게 마련되어 저온 측정 시 상기 샘플의 온도를 측정하는 제 3센서부; 상기 메인챔버부를 감싸도록 마련되어 상기 메인챔버부를 밀폐하고 상하로 길이 조절이 가능한 벨로우즈; 상기 벨로우즈 하단에 마련되며, 상기 벨로우즈와 탈부착 가능하게 마련되는 냉각부; 상기 냉각부 하단에 마련되며 상기 냉각부를 상하로 이동시키는 잭서포트; 상기 메인챔버부 및 상기 냉각부와 연결되며, 상기 메인챔버부 내부를 저진공 상태로 만들고, 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부를 저진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 로터리펌프; 상기 메인챔버부와 연결되어 상기 메인챔버부 내부를 고진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 제 1펌프부; 상기 메인챔버부와 연결되어 상기 샘플에서 탈착된 가스의 성분을 분석하며 밸브로 탈착된 가스의 이동을 조절하는 분석부; 상기 분석부와 연결되어 상기 분석부 내부를 고진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 제 2펌프부;로 구성되는 것을 특징으로 한다.

[0010] 상기 샘플홀더는, 상기 공급부와 연결되며, 중공형의 원기둥형상으로 상부에는 플랜지가 형성되어 상기 메인챔버부 하방에 연결되는 몸체부; 상기 몸체부 하방에 마련되며, 구리 소재로 상부는 원기둥 형상이고 하부는 상부보다 더 큰 지름의 원기둥형상으로 마련되며 내부에 제 1공간이 형성되는 샘플캔; 상기 샘플캔 상부 외주면에 상기 샘플캔과 일체로 마련되는 고정부; 구리 소재로 상기 제 1공간에 마련되며, 원기둥 형상으로 내부에 제 2공간이 형성되는 하부플러그; 상기 제 1공간에 마련되고 상기 하부플러그 상방에 위치하며, 중공형의 원기둥 형상으로 상기 샘플캔과 연결되어 상기 하부플러그를 고정하는 상부플러그; 상기 챔버부와 상기 고정부를 연결하는 연결부;로 구성되는 것을 특징으로 한다.

[0011] 상기 냉각부는, 상기 벨로우즈 하단에 탈부착 가능하게 마련되며, 내부에 일정간격 이격되어 내벽이 형성되는 진공챔버부; 상기 진공챔버부 내부에 마련되어 압축된 헬륨이 공급되어 저온을 발생시키는 냉동기; 상기 냉동기에 마련되어 상기 냉동기의 온도를 측정하는 제 4센서부;로 구성되는 것을 특징으로 한다.

[0012] 샘플을 샘플홀더에 설치하며, 제 1센서부와 제 2센서부를 샘플홀더에 연결하고 제 3센서부를 진공챔버부의 내벽에 연결하는 제 1단계(L1); 벨로우즈와 냉각부를 고정하고 잭서포트로 상기 냉각부를 상기 샘플홀더로부터 하향시키는 제 2단계(L2); 상기 냉각부와 연결된 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부를 저진공 상태로 만드는 제 3단계(L3); 메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부를 저진공 상태로 만든 후 밸브를 닫고, 상기 제 1펌프부의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부를 고진공 상태로 만드는 제 4단계(L4); 설정된 온도까지 상기 히터의 온도를 상승시켜 상기 샘플을 전처리하여 표면에 흡착된 불순물을 제거하는 제 5단계(L5); 상기 샘플홀더가 상온이 될 때까지 온도를 하강시키는 제 6단계(L6); 상기 냉각부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 닫고, 배기밸브를 열어 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부의 압력이 대

기압으로 되면 배기밸브를 닫는 제 7단계(L7); 상기 벨로우즈와 상기 냉각부를 분리하고, 상기 샘플홀더에 제 3 센서부를 연결하는 제 8단계(L8); 상기 벨로우즈와 상기 냉각부를 고정하고, 상기 잭서포트로 상기 냉각부를 상기 샘플홀더 방향으로 상향시켜, 상기 샘플홀더와 상기 냉동기 상부가 접촉하는 제 9단계(L9); 상기 냉각부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부를 저진공 상태로 만드는 제 10단계(L10); 상기 제 1펌프부의 밸브를 닫고 공급부의 밸브를 열어 상기 샘플홀더 내부로 가스를 유입시킨 후 밸브를 닫는 제 11단계(L11); 설정된 온도까지 상기 냉동기의 온도를 하강시키는 제 12단계(L12); 상기 냉동기의 온도가 100K까지 도달하면 상기 냉각부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 잠그는 제 13단계(L13); 상기 샘플의 온도가 설정된 온도에 도달하면 상기 가스가 샘플에 흡착되는 제 14단계(L14); 상기 메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부에서 상기 샘플에 흡착되지 않은 잔여 가스를 배출시키는 제 15단계(L15); 상기 메인챔버부 내부의 압력이 0bar가 되면 상기 메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 잠그고, 상기 제 1펌프부의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부를 고진공 상태로 만드는 제 16단계(L16); 상기 분석부의 밸브를 열고 상기 제 1펌프부의 밸브를 잠그며, 설정된 온도까지 상기 히터의 온도를 상승시키는 제 17단계(L17); 상기 샘플에서 탈착된 가스를 상기 분석부에서 분석하는 제 18단계(L18);로 구성되는 것을 특징으로 한다.

[0013] 샘플을 샘플홀더에 설치하며, 제 1센서부와 제 2센서부를 샘플홀더에 연결하고 제 3센서부를 진공챔버부의 내벽에 연결하는 제 1단계(H1); 벨로우즈와 냉각부를 고정하고 잭서포트로 상기 냉각부를 상기 샘플홀더로부터 하향시키는 제 2단계(H2); 상기 냉각부와 연결된 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 벨로우즈와 상기 냉각부 내부를 저진공 상태로 만드는 제 3단계(H3); 메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부를 저진공 상태로 만든 후 밸브를 닫고, 상기 제 1펌프부의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부를 고진공 상태로 만드는 제 4단계(H4); 설정된 온도까지 상기 히터의 온도를 상승시켜 상기 샘플을 전처리하여 표면에 흡착된 불순물을 제거하는 제 5단계(H5); 상기 제 1펌프부의 밸브를 닫고, 공급부의 밸브를 열어 상기 샘플홀더 내부로 가스를 유입시키고 밸브를 닫는 제 6단계(H6); 설정된 온도까지 상기 히터의 온도를 상승시키는 제 7단계(H7); 상기 샘플의 온도가 설정된 온도에 도달하면 상기 가스가 상기 샘플에 흡착되는 제 8단계(H8); 상기 메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 열어 상기 메인챔버부 내부에서 상기 샘플에 흡착되지 않은 잔여 가스를 배출시키는 제 9단계(H9); 상기 메인챔버부 내부의 압력이 0bar가 되면 상기 메인챔버부와 연결된 상기 로터리펌프의 밸브를 잠그고, 상기 제 1펌프부의 밸브를 열어 상기 메인챔버 내부를 고진공 상태로 만드는 제 10단계(H10); 상기 분석부의 밸브를 열고 상기 제 1펌프부의 밸브를 잠그며, 설정된 온도까지 히터의 온도를 상승시키는 제 11단계(H11); 상기 샘플에서 탈착된 가스를 상기 분석부에서 분석하는 제 12단계(H12);로 구성되는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0014] 본 발명에 의한 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법에서는 다음과 같은 효과가 있다.

[0015] 고온의 영역에서 냉각부가 받는 영향을 최소화하면서 화학적 흡착 및 탈착을 수행하는 동시에 극저온의 온도 영역에서의 물리적 흡착 및 탈착까지 분석이 가능한 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1은 본 발명에 의한 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법을 나타낸 구성도.

도 2는 본 발명에 의한 벨로우즈를 이용한 열탈착 분석 장치에서 메인챔버부와 냉각부를 나타낸 정면도이며, 잭서포트 동작에 따른 작동 순서를 나타낸 도면.

도 3은 본 발명에 의한 벨로우즈를 이용한 열탈착 분석 장치에서 냉각부를 나타낸 도면.

도 4는 본 발명에 의한 벨로우즈를 이용한 열탈착 분석 장치에서 냉각부를 나타낸 도면.

도 5는 본 발명에 의한 벨로우즈를 이용한 열탈착 분석 장치에서 샘플홀더를 나타낸 도면.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 이하, 본 발명에 의한 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법의 바람직한 실시

예가 첨부된 도면을 참고하여 상세하게 설명한다.

- [0018] 본 발명인 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치는 내부에 가스가 마련되며 내부에 위치하는 상기 가스의 공급량을 조절하는 밸브가 마련되는 다수개의 공급부(100), 상기 공급부(100)와 연결되며, 하방에 샘플이 설치되도록 샘플홀더(220)가 마련되는 메인챔버부(200), 상기 샘플홀더(220) 하방 외주면에 마련되는 히터(300), 상기 샘플홀더(220) 하방에 상기 히터(300)방향에 위치하며, 탈부착 가능하게 마련되어 상기 히터(300)의 온도를 측정하는 제 1센서부(400), 상기 샘플홀더(220) 하방에 탈부착 가능하게 마련되어 고온 측정 시 상기 샘플의 온도를 측정하는 제 2센서부(420), 상기 샘플홀더(220) 하방에 탈부착 가능하게 마련되어 저온 측정 시 상기 샘플의 온도를 측정하는 제 3센서부(440), 상기 메인챔버부(200)를 감싸도록 마련되어 상기 메인챔버부(200)를 밀폐하고 상하로 길이 조절이 가능한 벨로우즈(500), 상기 벨로우즈(500) 하단에 마련되며, 상기 벨로우즈(500)와 탈부착 가능하게 마련되는 냉각부(600), 상기 냉각부(600) 하단에 마련되며 상기 냉각부(600)를 상하로 이동시키는 잭서포트(700), 상기 메인챔버부(200) 및 상기 냉각부(600)와 연결되며, 상기 메인챔버부(200) 내부를 저진공 상태로 만들고, 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600) 내부를 저진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 로터리펌프(800), 상기 메인챔버부(200)와 연결되어 상기 메인챔버부(200) 내부를 고진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 제 1펌프부(820), 상기 메인챔버부(200)와 연결되어 상기 샘플에서 탈착된 가스의 성분을 분석하며 밸브로 탈착된 가스의 이동을 조절하는 분석부(900), 상기 분석부(900)와 연결되어 상기 분석부(900) 내부를 고진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절하는 제 2펌프부(840)로 구성된다.
- [0020] 먼저, 공급부(100)가 다수개로 마련된다. 상기 공급부(100)는 내부에 가스가 마련된다. 상기 공급부(100)는 내부에 서로 다른 가스가 마련되며, 상기 가스는 중수소, 수소, 헬륨, 질소, 아르곤을 사용할 수 있으나 이에 한정하지 않는다.
- [0021] 상기 공급부(100)에는 상기 가스의 공급량을 조절하는 밸브가 마련된다. 상기 밸브는 상기 공급부(100) 내부에 마련된 상기 가스의 이동을 조절하며, 상기 공급부(100)의 출구에 마련되어 상기 가스의 배출을 개별로 조절할 수 있다.
- [0023] 그리고 상기 공급부(100)와 연결되어 메인챔버부(200)가 마련된다. 상기 메인챔버부(200) 내부로 상기 가스가 공급되며, 상기 메인챔버부(200) 하방에는 샘플이 설치될 수 있도록 샘플홀더(220)가 마련된다.
- [0024] 여기서, 상기 메인챔버부(200)를 통해서 상기 샘플홀더(220) 내부로 상기 가스가 공급되며, 상기 샘플홀더(220) 하단에는 상기 샘플이 고정된다. 상기 샘플은 시료의 형태에 따라 판상형, 펠렛, 파우더 형태 등으로 다양하게 존재할 수 있다.
- [0025] 구체적으로 상기 샘플이 파우더 타입인 경우 상기 샘플홀더(220)는 도 5b에 도시된 바와 같이, 중공형의 원기둥 형상의 몸체부(221)가 마련된다. 상기 챔버부는 상부에 플랜지가 형성되어 상기 메인챔버부(200) 하방에 볼트 등으로 체결된다. 그리고 상기 몸체부(221) 내부로 상기 가스가 공급된다.
- [0026] 상기 몸체부(221) 하방에 샘플캔(222)이 마련된다. 상기 샘플캔(222) 상부는 원기둥 형상으로 마련되며, 하부는 상부보다 더 큰 지름의 원기둥 형상으로 마련된다. 그리고 상기 샘플캔(222) 내부에는 제 1공간(222a)이 형성된다. 여기서, 상기 샘플캔(222)을 구리소재로 마련되어 열 전달이 용이하도록 한다.
- [0027] 상기 샘플캔(222) 상부 외주면에는 고정부(223)가 마련된다. 상기 고정부(223)는 상기 샘플캔(222) 상부 외주면에 상기 샘플캔(222)과 일체로 형성된다. 여기서, 상기 고정부(223) 상방 외주면에는 나사산이 형성된다.
- [0028] 상기 제 1공간(222a)에는 하부플러그(224)가 마련된다. 상기 하부플러그(224)는 원기둥 형상으로 내부에는 제 2공간(224a)이 형성된다. 여기서, 상기 하부플러그(224)는 구리 소재로 마련되어 열 전달이 용이하도록 한다. 파우더 타입의 샘플을 사용하는 경우 상기 제 2공간(224a)에 상기 샘플이 위치하도록 한다.
- [0029] 상기 제 1공간(222a)에는 상부플러그(225)가 마련된다. 상기 상부플러그(225)는 상기 하부플러그(224) 상방에 위치하며, 중공형의 원기둥 형상으로 상기 샘플캔(222)과 연결되어 상기 하부플러그(224)가 이탈되지 않도록 고정하는 역할을 한다.
- [0030] 그리고 상기 몸체부(221)와 상기 고정부(223)를 연결하는 연결부(226)가 마련된다. 상기 연결부(226)는 상기 몸체부(221)에 연결되고 상기 고정부(223)의 나사산에 결합되어 연결되며, 상기 몸체부(221)와 상기 고정부(223)

를 연결한다.

- [0032] 그리고, 상기 샘플이 필름 타입인 경우 상기 샘플홀더(220)는, 중공형의 원기둥 형상의 몸체부(221)가 마련된다. 상기 몸체부(221)는 상부에 플랜지가 형성되어 상기 메인챔버부(200) 하방에 볼트 등으로 체결된다. 그리고 상기 몸체부(221) 내부로 상기 가스가 공급된다.
- [0033] 상기 몸체부(221) 하방에는 샘플캔(222)이 마련된다. 상기 샘플캔(222) 상부는 원기둥 형상으로 마련되며, 하부는 상부보다 더 큰 지름의 원기둥 형상으로 마련된다. 그리고 상기 샘플캔(222) 내부에는 제 1공간(222a)이 형성된다. 여기서, 상기 샘플캔(222)을 구리소재로 마련되어 열 전달이 용이하도록 한다.
- [0034] 필름 또는 펠릿 타입의 샘플을 사용하는 경우 상기 제 1공간(222a)에 상기 샘플이 위치하도록 한다.
- [0035] 상기 샘플캔(222) 상부 외주면에는 고정부(223)가 마련된다, 상기 고정부(223)는 상기 샘플캔(222) 상부 외주면에 상기 샘플캔(222)과 일체로 형성된다. 여기서, 상기 고정부(223) 외주면에는 나사산이 형성된다.
- [0036] 그리고 상기 몸체부(221)와 상기 고정부(223)를 연결하는 연결부(226)가 마련된다. 상기 연결부(226)는 상기 몸체부(221)에 연결되고 상기 고정부(223)의 나사산에 결합되어 연결되며, 상기 몸체부(221)와 상기 고정부(223)를 연결한다.
- [0038] 그리고 상기 메인챔버부(200)에는 압력계(240)가 더 마련된다. 상기 압력계(240)는 상기 메인챔버부(200) 내부의 압력을 측정한다.
- [0040] 상기 샘플홀더(220) 하방 외주면에 히터(300)가 마련된다. 구체적으로 상기 히터(300)는 상기 샘플캔(222) 외주면에 마련된다. 상기 히터(300)는 상기 샘플캔(222)의 온도를 상승시키는 역할을 한다.
- [0042] 상기 샘플홀더(220) 하방에는 제 1센서부(400)가 마련된다. 구체적으로 상기 제 1센서부(400)는 상기 샘플캔(222) 하방에 마련되며, 상기 히터(300) 방향에 위치한다. 상기 제 1센서부(400)는 탈부착 가능하게 마련되어 상기 히터(300)의 온도를 측정한다.
- [0044] 상기 샘플홀더(220) 하방에는 제 2센서부(420)가 마련된다. 구체적으로 상기 제 2센서부(420)는 상기 샘플캔(222) 하방에 마련된다. 상기 제 2센서부(420)는 탈부착 가능하게 마련되어 300K 이상 1000K 이하의 고온 측정 시 상기 샘플의 온도를 측정한다.
- [0045] 여기서, 300K 이상 1000K 이하의 고온 측정 시 상기 제 1센서부(400)와 상기 제 2센서부(420)의 온도가 설정값 이상으로 차이나는 경우 상기 샘플의 체결, 히터(300)의 작동 문제 등을 파악할 수 있어 측정을 정확하게 할 수 있다.
- [0047] 상기 샘플홀더(220) 하방에는 제 3센서부(440)가 마련된다. 구체적으로 상기 제 3센서부(440)는 상기 샘플캔(222) 하방에 마련된다. 상기 제 3센서부(440)는 탈부착 가능하게 마련되어 저온 측정 시 상기 샘플의 온도를 측정하며, 상기 제 3센서부(440)는 15K 이상 300K 이하에서 상기 샘플의 온도를 측정한다.
- [0048] 여기서, 상기 제 3센서부(440)는 실리콘 다이오드를 사용할 수 있다. 실리콘 다이오드의 경우 정전류(10 μ A)를 흘리게 되면 온도 변화에 따라 전압 출력이 변화하게 되며, 이 전압 출력을 계측하여 온도를 측정할 수 있다.
- [0049] 상기 제 3센서부(440)는 300K 이상 1000K 이하의 고온의 환경에서 녹거나 고장날 수 있기 때문에, 상기 히터(300)가 동작할 때는 하기에서 설명될 내벽(611)에 설치되며, 하기에서 설명될 냉동기(620)가 동작할 때는 상기 샘플캔(222) 하방에 설치된다.
- [0051] 상기 메인챔버부(200)를 감싸도록 벨로우즈(500)가 마련된다. 상기 벨로우즈(500)는 상기 메인챔버부(200)를 밀

폐하고 주름진 관 형상으로 상하방으로 길이가 줄어들거나 늘어날 수 있다.

- [0053] 상기 벨로우즈(500) 하단에는 냉각부(600)가 마련된다. 상기 냉각부(600)는 상기 벨로우즈(500)와 탈부착 가능하도록 마련된다. 상기 냉각부(600)는 상기 냉각부(600)와 상기 벨로우즈(500) 내부의 온도를 하강시킬 수 있다. 상기 냉각부(600)는 상술한 기능을 위하여 다음과 같이 구성될 수 있다.
- [0054] 상기 냉각부(600)는 상기 벨로우즈(500) 하단에 탈부착 가능하게 마련되며, 내부에 일정간격 이격되어 내벽(611)이 형성되는 진공챔버부(610)와 상기 진공챔버부(610) 내부에 마련되어 압축된 헬륨이 공급되어 저온을 발생시키는 냉동기(620)와 상기 냉동기(620)에 마련되어 상기 냉동기(620)의 온도를 측정하는 제 4센서부(630)로 구성된다.
- [0055] 먼저, 진공챔버부(610)가 마련된다. 상기 진공챔버부(610)는 상기 벨로우즈(500) 하단에 탈부착 가능하도록 마련된다. 상기 진공챔버부(610)는 원통형상으로 마련될 수 있으며, 상기 진공챔버부(610) 내부에는 일정간격 이격되어 내벽(611)이 형성되며, 상기 내벽(611)은 복사열을 차단할 수 있는 소재로 마련된다.
- [0056] 그리고 상기 진공챔버부(610) 일측에는 진공밸브(612)가 마련된다. 여기서 상기 진공밸브(612)와 연결되어 배기밸브(613)가 더 마련되며, 상기 배기밸브(613)는 상기 냉각부(600)와 상기 벨로우즈(500) 내부의 공기를 배출한다.
- [0057] 또한 상기 진공챔버부(610)에는 릴리프밸브(614)가 더 마련될 수 있으며, 상기 진공챔버부(610)에서 누출이 발생하는 경우 위험할 수 있기 때문에 상기 진공챔버부(610)의 내부 압력이 일정 값 이상인 경우 내부의 공기를 외부로 배출할 수 있도록 한다.
- [0058] 상기 진공챔버부(610) 내부에는 냉동기(620)가 마련된다. 상기 냉동기(620)는 헬륨이 공급되어 저온을 발생시킨다, 이에 따라 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610) 내부의 온도를 낮추며, 상기 샘플의 온도를 낮춘다. 여기서, 냉동기(620)는 15K까지 온도를 낮출 수 있다.
- [0059] 상기 냉동기(620)는 도 4에 도시된 바와 같이, 상기 냉동기(620)는 내부로 헬륨이 공급되어 온도를 낮추는 냉동몸체부(621)가 마련된다. 상기 냉동몸체부(621)는 제 1팽창부(622)와 제 2팽창부(623)로 구성되며 팽창 과정을 반복 수행함으로써, 온도를 극저온으로 유지한다. 여기서, 상기 냉동몸체부(621) 내부에는 왕복기(미도시)가 마련되며, 상기 왕복기(미도시)가 모터부와 연결되어 캠 등에 의해 직선운동을 한다.
- [0060] 상기 냉동몸체부(621) 일측 하방에는 헬륨유입부(624)가 마련된다. 상기 헬륨유입부(624)는 압축된 고압의 헬륨가스를 상기 냉동몸체부(621) 내부로 유입시킨다.
- [0061] 일측 하방에는 헬륨배출부(625)가 마련된다. 상기 헬륨배출부(625)를 통해서 내부에 팽창된 헬륨가스를 외부로 배출한다. 여기서, 상기 헬륨배출부(625)는 컴프레서(미도시)와 연결되며, 상기 컴프레서(미도시)에서 팽창된 헬륨가스를 다시 압축시켜 상기 헬륨유입부(624)를 통해서 내부로 유입시킬 수 있다.
- [0063] 상기 냉동기(620)에는 제 4센서부(630)가 마련된다. 구체적으로 상기 제 4센서부(630)는 상기 냉동몸체부(621)에 마련된다. 상기 제 4센서부(630)는 상기 냉동기(620)의 온도를 측정한다.
- [0064] 여기서, 상기 제 4센서부(630)는 실리콘 다이오드를 사용할 수 있다. 실리콘 다이오드의 경우 정전류($10\mu A$)를 흘리게 되면 온도 변화에 따라 전압 출력이 변화하게 되며, 이 전압 출력을 계측하여 온도를 측정할 수 있다.
- [0065] 여기서, 15K 이상 300K 이하의 저온 측정 시 상기 제 3센서부(440)와 상기 제 4센서부(630)의 온도가 설정값 이상으로 차이나는 경우 상기 샘플의 체결, 상기 냉동기(620)의 작동 등에서 문제가 있는 것으로 측정을 정확하게 할 수 있다.
- [0067] 상기 냉각부(600) 하단에는 액서포트(700)가 마련된다. 상기 액서포트(700)는 상하로 높이 조절이 가능하며, 상기 냉각부(600)를 상하로 이동시킨다. 여기서, 상기 냉각부(600)가 상하로 이동하더라도 상기 벨로우즈(500)에 의해 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600) 내부가 밀폐된 상태로 유지될 수 있다. 이에 따라 상기 샘플칸(222)의 산화를 방지할 수 있다.

- [0068] 또한 상기 액서포트(700)를 통해서 상기 샘플칸(222)과 상기 냉각부(600) 사이의 거리를 조절할 수 있다.
- [0070] 상기 메인챔버부(200) 및 상기 냉각부(600)와 연결되어 로터리펌프(800)가 마련된다. 상기 로터리펌프(800)는 상기 메인챔버부(200)와 연결되어 상기 메인챔버부(200) 내부를 저진공 상태로 만든다. 그리고 상기 로터리펌프(800)는 상기 진공밸브(612)에 의해 상기 냉각부(600)와 연결되어 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600) 내부를 저진공 상태로 만든다. 구체적으로, 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610)내부를 저진공 상태로 만든다. 그리고 상기 로터리펌프(800)의 동작은 밸브로 조절한다.
- [0071] 여기서, 저진공 상태는 비교적 진공의 정도가 낮은 상태이다. 구체적으로 저진공 상태의 압력 범위는 760~25torr이다.
- [0072] 열전달을 용이하게 하기 위해서, 상기 샘플칸(222)과 상기 하부플러그(224)는 구리 소재로 마련된다. 구리 소재의 경우 공기 중에서 산화될 우려가 있어서 진공상태를 유지하는 것이 바람직하다. 이에 따라, 상기 로터리펌프(800)는 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600) 내부를 진공으로 만들고 상기 메인챔버부(200) 내부를 진공으로 만들어 상기 샘플칸(222)과 상기 하부플러그(224)가 산화되는 것을 방지한다.
- [0074] 상기 메인챔버부(200)와 연결되어 제 1펌프부(820)가 마련된다. 상기 제 1펌프부(820)는 상기 메인챔버부(200)와 연결되어 상기 메인챔버부(200) 내부를 고진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절한다. 여기서, 상기 제 1펌프부(820)는 터보펌프와 다이어프램 펌프가 연결되어 구성되며, 먼저 다이어프램에서 상기 메인챔버부(200) 내부를 저진공 상태로 만들고 상기 터보펌프로 고진공 상태로 만든다.
- [0075] 여기서, 저진공 상태는 비교적 진공의 정도가 낮은 상태이며, 고진공 상태는 비교적 진공의 정도가 높은 상태이다. 구체적으로 저진공 상태의 압력 범위는 760~25torr이며, 고진공 상태의 압력 범위는 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-7}$ torr이다.
- [0076] 상기 메인챔버부(200) 내부를 진공으로 만들어 상기 샘플칸(222)과 상기 하부플러그(224)가 산화되는 것을 방지한다.
- [0078] 상기 메인챔버부(200)와 연결되어 분석부(900)가 마련된다. 상기 분석부(900)는 상기 메인챔버부와 연결되어 상기 샘플에서 탈착된 가스의 성분을 분석하며, 밸브로 탈착된 가스의 이동을 조절할 수 있다. 상기 분석부(900)는 질량 분석기를 사용할 수 있으며, 상기 가스의 농도 및 성분을 분석한다.
- [0080] 상기 분석부(900)와 연결되어 제 2펌프부(840)가 마련된다. 상기 제 2펌프부(840)는 상기 분석부(900) 내부를 고진공 상태로 만들며, 밸브로 동작을 조절한다. 여기서, 상기 제 2펌프는 터보펌프와 다이어프램 펌프가 연결되어 구성되며, 먼저 다이어프램에서 상기 분석부(900) 내부를 저진공 상태로 만들고 상기 터보펌프로 고진공 상태로 만든다.
- [0081] 여기서, 저진공 상태는 비교적 진공의 정도가 낮은 상태이며, 고진공 상태는 비교적 진공의 정도가 높은 상태이다. 구체적으로 저진공 상태의 압력 범위는 760~25torr이며, 고진공 상태의 압력 범위는 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-7}$ torr이다.
- [0083] 이하, 본 발명에 의한 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법에 대해 설명한다. 본 발명에 의한 벨로우즈를 이용한 극저온 열탈착 분석 장치 및 이를 이용한 분석 방법에서는 물리적 흡착과 화학적 흡착을 동시에 분석할 수 있다.
- [0084] 먼저, 15K 이상 300K 이하의 극저온에서 상기 가스를 흡착시켜 분석하는 물리적 흡착에 대해 설명한다.
- [0086] 제 1단계(L1)는 샘플을 샘플홀더(220)에 설치한다. 여기서, 상기 샘플이 파우더 타입인 경우 상기 제 2공간(224a)에 상기 샘플을 위치시키고, 상기 하부플러그(224)를 제 1공간(222a)에 위치시킨다. 그리고 상기 상부플러그(225)를 상기 샘플칸(222)에 연결시켜 상기 하부플러그(224)를 고정시킨다. 상기 몸체부(221)와 상기 샘플

캔(222)을 연결부(226)로 연결한다.

- [0087] 상기 샘플이 필름 및 펠릿 타입인 경우 상기 제 1공간(222a)에 상기 샘플을 위치시킨 다음 상기 몸체부(221)와 상기 샘플캔(222)을 연결부(226)로 연결한다.
- [0088] 그리고 상기 제 1센서부(400)와 상기 제 2센서부(420)를 샘플홀더(220)에 연결한다. 구체적으로 샘플캔(222) 하방에 상기 제 1센서부(400)와 상기 제 2센서부(420)를 연결한다. 그리고 상기 내벽(611)에 제 3센서부(440)를 설치한다. 여기서, 상기 제 3센서부(440)는 300K 이상 1000K 이하의 고온에서 녹거나 고장날 수 있기 때문에 상기 내벽(611)에 설치하는 것이 바람직하다.
- [0090] 제 2단계(L2)는 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600)를 고정한다. 구체적으로 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610)를 클램프 등으로 연결하여 고정한다. 그리고 상기 잭서포트(700)로 상기 냉각부(600)를 상기 히터(300)와 멀어지는 방향으로 이동시킨다. 이에 따라 상기 냉동기(620)가 하방으로 이동한다. 여기서, 상기 냉동기(620)가 300K 이상 1000K 이하의 고온에 노출되는 경우 성능이 떨어질 수 있기 때문에 상기 히터(300)와 거리를 유지하는 것이 바람직하다.
- [0092] 제 3단계(L3)는 상기 냉각부(600)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 열어 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600) 내부를 저진공 상태로 만든다. 구체적으로 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610)내부를 저진공 상태로 만든다. 여기서, 저진공 상태는 비교적 진공의 정도가 낮은 상태이다. 구체적으로 저진공 상태의 압력 범위는 760~25torr이다.
- [0093] 그리고 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(620) 내부를 진공으로 만들어 상기 샘플캔(222)이 산화되는 것을 방지할 수 있다.
- [0095] 제 4단계(L4)는 상기 메인챔버부(200)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 열어 상기 메인챔버부(200) 내부를 저진공 상태로 만든다. 구체적으로 비교적 낮은 진공 상태로 만든다. 그리고 상기 메인챔버부(200)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 닫는 동시에 상기 제 1펌프부(820)의 밸브를 열어 상기 메인챔버부(200) 내부를 고진공 상태로 만든다. 여기서 고진공 상태는 비교적 진공의 정도가 높은 상태이다. 구체적으로 저진공 상태의 압력 범위는 760~25torr이며, 고진공 상태의 압력 범위는 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-7}$ torr이다.
- [0096] 그리고 상기 메인챔버부(200) 내부를 진공으로 만들어 상기 샘플캔(222)과 상기 하부플러그(224)가 산화되는 것을 방지할 수 있다.
- [0098] 제 5단계(L5)는 설정된 온도까지 상기 히터(300)의 온도를 상승시킨다. 이때 상기 샘플을 전처리하여 표면에 흡착된 불순물을 제거할 수 있다. 이때 상기 히터(300)의 온도는 300K 이상 1000K 이하의 고온으로 상기 샘플의 종류마다 상이하다.
- [0099] 여기서, 상기 제 1센서부(400)로 상기 히터(300)의 온도를 측정하고 상기 제 2센서부(420)로 상기 샘플의 온도를 측정한다. 상기 제 1센서부(400)와 상기 제 2센서부(420)의 값이 설정값 이상으로 차이가 나는 경우 상기 샘플의 체결, 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(620)의 체결, 상기 히터(300)의 작동 등에 문제가 발생했는지 확인할 수 있다.
- [0101] 제 6단계(L6)는 상기 샘플홀더(220)가 상온이 될 때까지 온도를 하강시킨다. 구체적으로 상기 제 2센서부(420)에서 측정된 상기 샘플의 온도가 상온이 될 때까지 온도를 하강시킨다. 여기서, 상기 냉동기(620)를 동작시켜 상기 샘플의 온도를 하강시킬 수 있으며 상기 잭서포트(700)를 통해서 상기 샘플홀더(220)와 상기 냉동기(620)를 접하여 상기 샘플의 온도를 극저온으로 낮춘다.
- [0103] 제 7단계(L7)는 상기 냉각부(600)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 닫고, 상기 배기밸브(613)를 열어

상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600) 내부의 압력이 대기압으로 되면 상기 배기밸브(613)를 닫는다. 구체적으로, 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610) 내부의 압력이 대기압으로 되면 상기 배기밸브(613)를 닫는다.

[0105] 제 8단계(L8)는 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600)를 분리한다. 구체적으로 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610)를 분리한다. 그리고 상기 내벽(611)에서 상기 제 3센서부(440)를 탈착해서 상기 샘플홀더(220)에 연결한다. 구체적으로 상기 샘플캔(222) 하방에 연결한다.

[0107] 제 9단계(L9)는 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600)를 고정한다. 구체적으로 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610)를 클램프 등으로 연결하여 고정한다. 그리고 상기 액서포트(700)로 상기 냉각부(600)를 상기 히터(300)와 가까워지는 방향으로 이동시킨다. 이에 따라 상기 냉각부(600)가 상방으로 이동하여 상기 샘플홀더(220)와 상기 냉동기(620) 상부가 접촉한다. 구체적으로 상기 샘플캔(222) 하부와 상기 냉동기(620) 상부가 접촉한다.

[0109] 제 10단계(L10)는 상기 냉각부(600)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 열어 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600) 내부를 저진공상태로 만든다. 구체적으로 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610) 내부를 저진공상태로 만든다. 여기서, 저진공 상태는 비교적 진공의 정도가 낮은 상태이다. 구체적으로 저진공 상태의 압력 범위는 760~25torr이다.

[0110] 그리고 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610) 내부를 진공으로 만들어 상기 샘플캔(222)이 산화되는 것을 방지할 수 있다.

[0112] 제 11단계(L11)는 상기 제 1펌프부(820)의 밸브를 닫고 상기 공급부(100)의 밸브를 열어 상기 샘플홀더(220) 내부로 상기 가스를 유입시킨 후 밸브를 닫는다.

[0113] 구체적으로 상기 샘플이 파우더 타입인 경우 상기 공급부(100)의 상기 가스가 상기 몸체부(221)를 통해서 상기 상부플러그(225)를 따라 이동하다가 상기 제 2공간(224a)으로 유입된다.

[0114] 그리고 상기 샘플이 필름 또는 펠릿 타입인 경우 상기 공급부(100)의 상기 가스가 상기 몸체부(221)를 통해서 상기 제 1공간(222a)으로 유입된다.

[0116] 제 12단계(L12)는 설정된 온도까지 상기 냉동기(620)의 온도를 하강시킨다. 이에 따라 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610) 내부의 온도가 하강한다. 여기서, 상기 냉동기(620)의 온도는 15K까지 하강하는 것이 바람직하나, 상기 샘플의 종류에 따라 상이하다.

[0117] 여기서, 상기 제 4센서부(630)로 상기 냉동기(620)의 온도를 측정하고 상기 제 3센서부(440)로 상기 샘플의 온도를 측정한다. 상기 제 3센서부(440)와 상기 제 4센서부(630)의 값이 설정값 이상으로 차이가 나는 경우 상기 샘플의 체결, 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600)의 체결, 상기 냉동기(620)의 작동 등에 문제가 발생하였는지 확인할 수 있다.

[0119] 제 13단계(L13)는 상기 냉동기(620)의 온도가 100K까지 도달하면 상기 냉각부(600)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 잠근다. 구체적으로 상기 제 4센서부(630)의 온도가 100K인 경우 상기 냉각부(600)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 잠근다.

[0120] 여기서, 상기 냉동기(620)의 온도가 100K 미만인 경우에는 상기 로터리펌프(800)에 있는 오일이 상기 냉각부(600)로 역류하는 현상이 발생하기 때문에 상기 냉각부(600)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 잠그는 것이 바람직하다.

- [0122] 제 14단계(L14)는 상기 샘플의 온도가 설정된 온도에 도달하면 상기 가스가 상기 샘플에 흡착된다. 여기서, 상기 샘플의 온도는 상기 제 3센서부(440)에서 측정한다.
- [0123] 이때, 상기 샘플홀더(220) 내부에 충분한 양의 가스가 존재하더라도 더 이상 흡착이 일어나지 않는 포화상태가 된다.
- [0125] 제 15단계(L15)는 상기 메인챔버부(200)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 열어 상기 메인챔버부(200) 내부에서 상기 샘플에 흡착되지 않은 잔여 가스를 배출시킨다.
- [0126] 구체적으로 상기 샘플이 파우더 타입인 경우 상기 제 2공간(224a)에 위치한 상기 가스가 상기 상부플러그(225)를 따라 이동한다. 그리고 상기 몸체부(221)를 통해 상기 로터리펌프(800)로 상기 가스가 배출된다.
- [0127] 그리고 상기 샘플이 필름 또는 펠릿 타입인 경우 상기 제 1공간(222a)에 위치한 상기 가스가 상기 몸체부(221)를 통해 상기 로터리펌프(800)로 배출된다.
- [0129] 제 16단계(L16)는 상기 메인챔버부(200) 내부의 압력이 0bar가 되면 상기 메인챔버부(200)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 잠근다. 구체적으로 상기 압력계(240)에서 상기 메인챔버부(200) 내부의 압력을 확인할 수 있다.
- [0130] 그리고 상기 제 1펌프부(820)의 밸브를 열어 상기 메인챔버부(200) 내부를 고진공 상태로 만든다. 여기서 고진공 상태는 비교적 진공의 정도가 높은 상태이다. 구체적으로 저진공 상태의 압력 범위는 760~25torr이며, 고진공 상태의 압력 범위는 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-7}$ torr이다.
- [0131] 여기서, 상기 메인챔버부(200) 내부의 압력이 0bar 미만인 경우 상기 로터리펌프(800)에 있는 오일이 상기 메인챔버부(200)로 역류하는 현상이 발생하기 때문에 상기 메인챔버부(200)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 잠그는 것이 바람직하다.
- [0132] 그리고 상기 메인챔버부(200) 내부를 진공으로 만들어 상기 샘플칸(222)과 상기 하부플러그(224)가 산화되는 것을 방지할 수 있다.
- [0134] 제 17단계(L17)는 상기 분석부(900)의 밸브를 열고 상기 제 1펌프부(820)를 잠근다. 그리고 설정된 온도까지 상기 히터(300)의 온도를 상승시킨다. 구체적으로 상기 히터(300)를 일정한 승온 속도로 온도를 상승시킨다.
- [0135] 여기서, 상기 제 1센서부(400)로 상기 히터(300)의 온도를 측정하고 상기 제 2센서부(420)로 상기 샘플의 온도를 측정한다. 상기 제 1센서부(400)와 상기 제 2센서부(420)의 값이 설정값 이상으로 차이가 나는 경우 상기 샘플의 체결, 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600)의 체결, 상기 히터(300)의 작동 등에 문제가 발생했는지 확인할 수 있다.
- [0137] 제 18단계(L18)는 상기 샘플에서 탈착된 가스를 상기 분석부(900)에서 분석한다. 상기 분석부(900)에서는 상기 가스를 실시간으로 분석이 가능하다.
- [0138] 구체적으로 상기 샘플이 파우더 타입인 경우 상기 제 2공간(224a)에 위치한 상기 가스가 상기 상부플러그(225)를 따라 이동한다. 그리고 상기 몸체부(221)를 통해 이동하고, 상기 제 2펌프부(840)의 터보펌프를 통해 상기 가스가 상기 분석부(900)로 배출된다.
- [0139] 그리고 상기 샘플이 필름 또는 펠릿 타입인 경우 상기 제 1공간(222a)에 위치한 상기 가스가 상기 몸체부(221)를 통해 이동하고, 상기 제 2펌프부(840)의 터보펌프를 통해 상기 가스가 상기 분석부(900)로 배출된다.
- [0141] 그리고, 300K 이상 1000K 이하의 고온에서 상기 가스를 흡착시켜 분석하는 화학적 흡착에 대해 설명한다.
- [0142] 제 1단계(H1)는 샘플을 샘플홀더(220)에 설치한다. 여기서, 상기 샘플이 파우더 타입인 경우 상기 제 2공간(224a)에 상기 샘플을 위치시키고, 상기 하부플러그(224)를 제 1공간(222a)에 위치시킨다. 그리고 상기 상부플

러그(225)를 상기 샘플칸(222)에 연결시켜 상기 하부플러그(224)를 고정시킨다. 상기 몸체부(221)와 상기 샘플칸(222)을 연결부(226)로 연결한다.

[0143] 상기 샘플이 필름 및 펠릿 타입인 경우 상기 제 1공간(222a)에 상기 샘플을 위치시킨 다음 상기 몸체부(221)와 상기 샘플칸(222)을 연결부(226)로 연결한다.

[0144] 그리고 상기 제 1센서부(400)와 상기 제 2센서부(420)를 샘플홀더(220)에 연결한다. 구체적으로 샘플칸(222) 하방에 상기 제 1센서부(400)와 상기 제 2센서부(420)를 연결한다. 그리고 상기 내벽(611)에 제 3센서부(440)를 설치한다. 여기서, 상기 제 3센서부(440)는 300K 이상 1000K이하의 고온에서 녹거나 고장날 수 있기 때문에 상기 내벽(611)에 설치하는 것이 바람직하다.

[0146] 제 2단계(H2)는 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600)를 고정한다. 구체적으로 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610)를 클램프 등으로 연결하여 고정한다. 그리고 상기 잭서포트(700)로 상기 냉각부(600)를 상기 히터(300)와 멀어지는 방향으로 이동시킨다. 이에 따라 상기 냉동기(620)가 하방으로 이동한다. 여기서, 상기 냉동기(620)가 300K 이상 1000K이하의 고온에 노출되는 경우 성능이 떨어질 수 있기 때문에 상기 히터(300)와 거리를 유지하는 것이 바람직하다.

[0148] 제 3단계(H3)는 상기 냉각부(600)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 열어 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600) 내부를 저진공 상태로 만든다. 구체적으로 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610)내부를 저진공 상태로 만든다. 여기서, 저진공 상태는 비교적 진공의 정도가 낮은 상태이다. 구체적으로 저진공 상태의 압력 범위는 760~25torr이다.

[0149] 그리고 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(610) 내부를 진공으로 만들어 상기 샘플칸(222)이 산화되는 것을 방지할 수 있다.

[0151] 제 4단계(H4)는 상기 메인챔버부(200)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 열어 상기 메인챔버부(200) 내부를 저진공 상태로 만든다. 구체적으로 비교적 낮은 진공 상태로 만든다. 그리고 상기 메인챔버부(200)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 닫는 동시에 상기 제 1펌프부(820)의 밸브를 열어 상기 메인챔버부(200) 내부를 고진공 상태로 만든다. 여기서, 저진공 상태는 비교적 진공의 정도가 낮은 상태이며, 고진공 상태는 비교적 진공의 정도가 높은 상태이다. 구체적으로 저진공 상태의 압력 범위는 760~25torr이며, 고진공 상태의 압력 범위는 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-7}$ torr이다.

[0152] 그리고 상기 메인챔버부(200) 내부를 진공으로 만들어 상기 샘플칸(222)과 상기 하부플러그(224)가 산화되는 것을 방지할 수 있다.

[0154] 제 5단계(H5)는 설정된 온도까지 상기 히터(300)의 온도를 상승시킨다. 이때 상기 샘플을 전처리하여 표면에 흡착된 불순물을 제거할 수 있다. 이때 상기 히터(300)의 온도는 300K 이상 1000K 이하의 고온으로 상기 샘플의 종류마다 상이하다.

[0155] 여기서, 상기 제 1센서부(400)로 상기 히터(300)의 온도를 측정하고 상기 제 2센서부(420)로 상기 샘플의 온도를 측정한다. 상기 제 1센서부(400)와 상기 제 2센서부(420)의 값이 설정값 이상으로 차이가 나는 경우 상기 샘플의 체결, 상기 벨로우즈(500)와 상기 진공챔버부(620)의 체결, 상기 히터(300)의 작동 등에 문제가 발생했는지 확인할 수 있다.

[0157] 제 6단계(H6)는 상기 제 1펌프부(820)의 밸브를 닫고 상기 공급부(100)의 밸브를 열어 상기 샘플홀더(220) 내부로 상기 가스를 유입시키고 밸브를 닫는다.

[0158] 구체적으로 상기 샘플이 파우더 타입인 경우 상기 공급부(100)의 상기 가스가 상기 몸체부(221)를 통해서 상기 상부플러그(225)를 따라 이동하다가 상기 제 2공간(224a)으로 유입된다.

- [0159] 그리고 상기 샘플이 필름 또는 펠릿 타입인 경우 상기 공급부(100)의 상기 가스가 상기 몸체부(221)를 통해서 상기 제 1공간(222a)으로 유입된다.
- [0161] 제 7단계(H7)는 설정된 온도까지 상기 히터(300)의 온도를 상승시킨다. 상기 샘플이 흡착되는 온도까지 상승시키며, 상기 샘플의 종류에 따라 상이하다.
- [0162] 여기서, 상기 제 1센서부(400)로 상기 히터(300)의 온도를 측정하고 상기 제 2센서부(420)로 상기 샘플의 온도를 측정한다. 상기 제 1센서부(400)와 상기 제 2센서부(420)의 값이 설정값 이상으로 차이가 나는 경우 상기 샘플의 체결, 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600)의 체결, 상기 히터(300)의 작동 등에 문제가 발생했는지 확인할 수 있다.
- [0164] 제 8단계(H8)는 상기 샘플의 온도가 설정된 온도에 도달하면 상기 가스가 상기 샘플에 흡착된다. 여기서, 상기 샘플의 온도는 상기 제 2센서부(420)에서 측정한다.
- [0165] 이때, 상기 샘플홀더(220) 내부에 충분한 양의 가스가 존재하더라도 더 이상 흡착이 일어나지 않는 포화상태가 된다.
- [0167] 제 9단계(H9)는 상기 메인챔버부(200)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 열어 상기 메인챔버부(200) 내부에서 상기 샘플에 흡착되지 않은 잔여 가스를 배출시킨다.
- [0168] 구체적으로 상기 샘플이 파우더 타입인 경우 상기 제 2공간(224a)에 위치한 상기 가스가 상기 상부플러그(225)를 따라 이동한다. 그리고 상기 몸체부(221)를 통해 상기 로터리펌프(800)로 상기 가스가 배출된다.
- [0169] 그리고 상기 샘플이 필름 또는 펠릿 타입인 경우 상기 제 1공간(222a)에 위치한 상기 가스가 상기 몸체부(221)를 통해 상기 로터리펌프(800)로 배출된다.
- [0171] 제 10단계(H10)는 상기 메인챔버부(200) 내부의 압력이 0bar가 되면 상기 메인챔버부(200)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 잠근다. 구체적으로 상기 압력계(240)에서 상기 메인챔버부(200) 내부의 압력을 확인할 수 있다.
- [0172] 그리고 상기 제 1펌프부(820)의 밸브를 열어 상기 메인챔버부(200) 내부를 고진공 상태로 만든다. 여기서 고진공 상태는 비교적 진공의 정도가 높은 상태이다. 구체적으로 고진공 상태의 압력 범위는 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-7}$ torr이다.
- [0173] 여기서, 상기 메인챔버부(200) 내부의 압력이 0bar 미만인 경우 상기 로터리펌프(800)에 있는 오일이 상기 메인챔버부(200)로 역류하는 현상이 발생하기 때문에 상기 메인챔버부(200)와 연결된 상기 로터리펌프(800)의 밸브를 잠그는 것이 바람직하다.
- [0174] 그리고 상기 메인챔버부(200) 내부를 진공으로 만들어 상기 샘플칸(222)과 상기 하부플러그(224)가 산화되는 것을 방지할 수 있다.
- [0176] 제 11단계(H11)는 상기 분석부(900)의 밸브를 열고 상기 제 1펌프부(820)를 잠근다. 그리고 설정된 온도까지 상기 히터(300)의 온도를 상승시킨다. 구체적으로 상기 샘플을 상온 또는 상온 이상의 측정 시작 온도에서 약 1000K까지 일정 승온 속도로 온도를 상승시킨다. 그리고 상기 측정 시작 온도는 상기 샘플의 종류에 따라 상이하다.
- [0177] 여기서, 상기 제 1센서부(400)로 상기 히터(300)의 온도를 측정하고 상기 제 2센서부(420)로 상기 샘플의 온도를 측정한다. 상기 제 1센서부(400)와 상기 제 2센서부(420)의 값이 설정값 이상으로 차이가 나는 경우 상기 샘플의 체결, 상기 벨로우즈(500)와 상기 냉각부(600)의 체결, 상기 히터(300)의 작동 등에 문제가 발생했는지 확인할 수 있다.

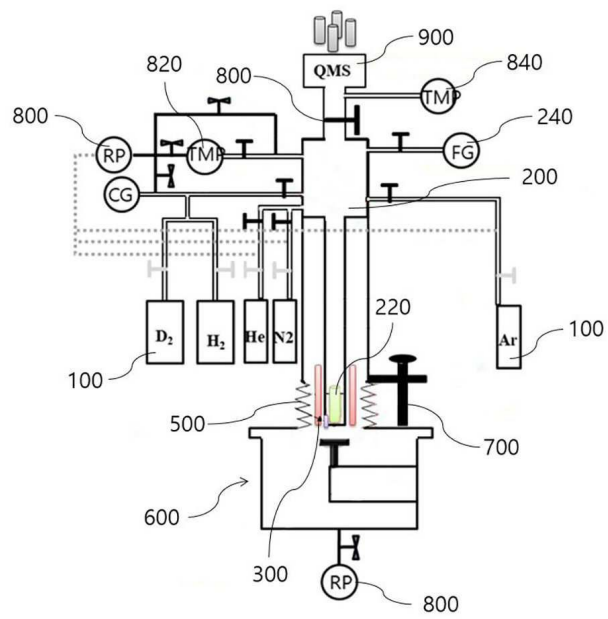
- [0179] 제 12단계(H12)는 상기 샘플에서 탈착된 가스를 상기 분석부(900)에서 분석한다. 상기 분석부(900)에서는 상기 가스를 실시간으로 분석이 가능하다.
- [0180] 구체적으로 상기 샘플이 파우더 타입인 경우 상기 제 2공간(224a)에 위치한 상기 가스가 상기 상부플러그(225)를 따라 이동한다. 그리고 상기 몸체부(221)를 통해 이동하고, 상기 제 2펌프부(840)의 터보펌프를 통해 상기 가스가 상기 분석부(900)로 배출된다.
- [0181] 그리고 상기 샘플이 필름 또는 펠릿 타입인 경우 상기 제 1공간(222a)에 위치한 상기 가스가 상기 몸체부(221)를 통해 이동하고, 상기 제 2펌프부(840)의 터보펌프를 통해 상기 가스가 상기 분석부(900)로 배출된다.
- [0183] 이와 같이, 상술한 본 발명의 기술적 구성은 본 발명이 속하는 기술분야의 당업자가 본 발명의 그 기술적 사상이나 필수적 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다.
- [0184] 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적인 것이 아닌 것으로서 이해되어야 하고, 본 발명의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타나며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 등가 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

부호의 설명

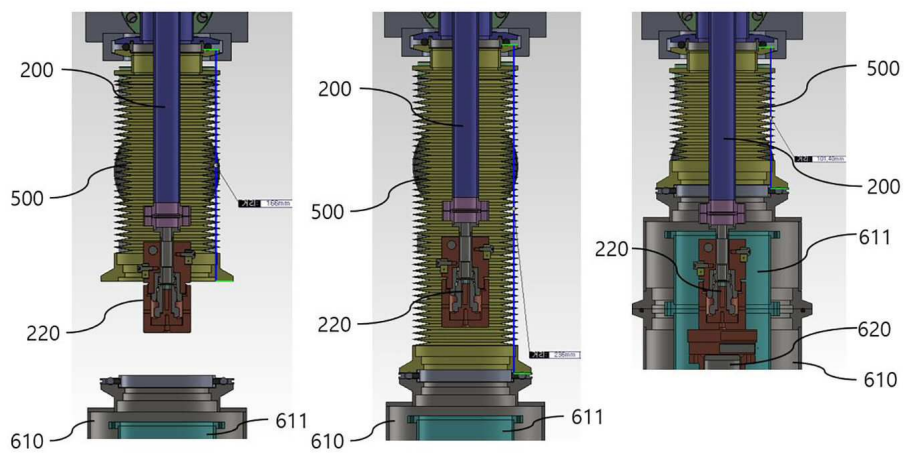
- [0185] 100 : 공급부 200 : 메인챔버부
 220 : 샘플홀더 221 : 몸체부
 222 : 샘플칸 222a : 제 1공간
 223 : 고정부 224 : 하부플러그
 224a : 제 2공간 225 : 상부플러그
 226 : 연결부 240 : 압력계
 300 : 히터 400 : 제 1센서부
 420 : 제 2센서부 440 : 제 3센서부
 500 : 벨로우즈 600 : 냉각부
 610 : 진공챔버부 611 : 내벽
 612 : 진공밸브 613 : 배기밸브
 614 : 릴리프밸브 620 : 냉동기
 621 : 냉동몸체부 622 : 제 1팽창부
 623 : 제 2팽창부 624 : 헬륨유입부
 625 : 헬륨배출부 630 : 제 4센서부
 700 : 잭서포트 800 : 로터리펌프
 820 : 제 1펌프부 840 : 제 2펌프부
 900 : 분석부

도면

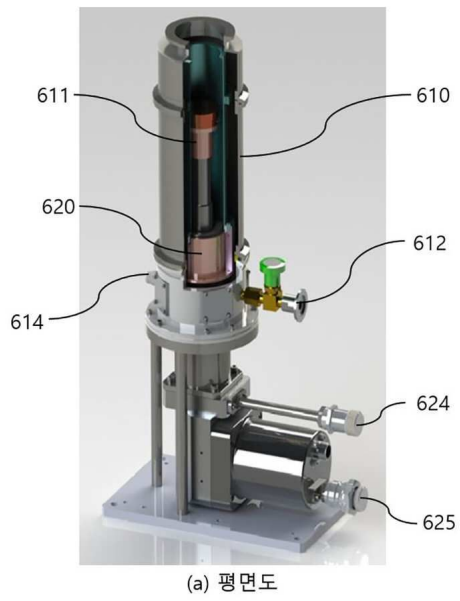
도면1



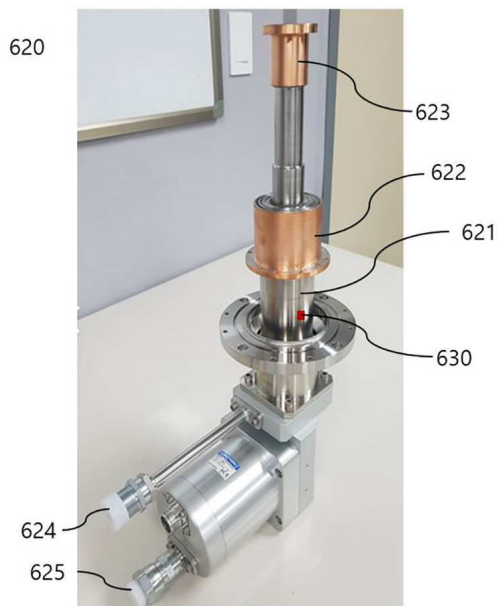
도면2



도면3



도면4



도면5

