(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。Int. Cl.
G01K 13/00 (2006.01)
F24H 9/20 (2006.01)
G01K 11/00 (2006.01)
G01K 3/10 (2006.01)

(45) 공고일자 2006년03월23일
(11) 등록번호 10-0562677
(24) 등록일자 2006년03월14일

(21) 출원번호 10-2005-0038520
(22) 출원일자 2005년05월09일
(65) 공개번호
(43) 공개일자

(73) 특허권자 고려대학교 산학협력단
서울 성북구 안암동5가1 고려대학교 내

(72) 발명자 이철의
서울 종로구 평창동 329 힐사이드 빌라 202호

김세헌
경기 고양시 덕양구 주교동 645-1 주공 Apt 114-204

(74) 대리인 권혁성
현종철

심사관 : 이창호

(54) 기체분사형 온도조절장치

요약

기체분사형 온도조절장치가 제공된다.

본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치는 액체질소용기(20), 하부 트랜스퍼 라인(10), 상부 트랜스퍼 라인(30); 및 온도 컨트롤러(60)로 이루어지며, 시료의 냉각시 액체질소를 직접적으로 사용하는 것이 아니라 액체질소와 냉매로 사용되는 기체와의 열교환을 통해 냉각시키는 방식이므로 특히 저온에서 온도의 안정성이 뛰어나며, 카트리지 히터를 병용하기 때문에 전체적으로 약 100~500K의 온도를 조절할 수 있으며, DSC, NMR, 유전율측정장비 또는 임피던스 측정장치 등 다양한 물성의 측정장비에 사용가능하고, 측정 시료의 온도를 원하는 온도로 신속히 조절할 수 있다.

대표도

도 1

색인어

액체 질소, 온도조절장치

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치의 개략도이다.

도 2는 본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치의 온도조절부에 대한 확대도이다.

도 3은 시험예 1에 따른 온도조절 테스트의 결과 그래프이다.

도 4는 시험예 2에 따른 온도조절 테스트의 결과 그래프이다.

도 5는 시험예 3에 따른 온도조절 테스트의 결과 그래프이다.

<도면의 주요부분에 대한 부호의 설명>

1...기체투입구 2...제2유입밸브

3...기체유입관 4...열교환튜브

5...내부관 5'...제2내부관

6...연결부재 7...초단열재

8...진공밸브 9...제1유입밸브

10...하부 트랜스퍼 라인 11...밀폐재

20...액체질소용기 22...가스킷

30...상부 트랜스퍼 라인 40...벨로우즈

50...온도조절부 51...구리 메쉬

52...카트리지 히터 53...히터블록

54...열전쌍 60...온도 컨트롤러

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 기체분사형 온도조절장치에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 열교환을 통하여 냉각된 질소 또는 헬륨 가스를 분사하거나, 히터를 통해 가열된 상기 가스를 이용함으로써 시료의 온도를 조절하는 장치에 관한 것이다.

근래에 들어서, 시차주사열량계(DSC), 핵자기 공명장치(NMR) 등의 물성 측정장비에는 시료의 냉각을 위하여 냉매를 이용한 냉각장치가 사용되고 있다. 이러한 냉각장치에서 필요한 저온의 온도범위는 약 100K(-173℃)인데, 액체질소의 온도가 77K이기 때문에 냉매로서 액체질소가 주로 사용되고 있다.

한편, 고온실험을 위해서는 전기로 또는 전기히터를 사용하는 것이 일반적인데, 샘플박스안에 전기히터를 사용하게 되면, 그 자체에서 발생하는 노이즈 때문에 정작 측정하고자 하는 미세신호를 감지하기 어렵다는 단점이 있다.

저온실험의 경우에, 종래의 유전율측정장비 또는 임피던스 측정장치 등에 사용되는 냉각장치는 콜드 핑거에 시료를 접촉시키고 그 하부로 액체질소를 순환시키면서 상기 시료를 냉각하는 접촉(contact)방식을 사용하는 것이 일반적이었다. 이처럼 액체질소를 직접적으로 사용하게 되면 액체질소의 온도인 77K 부근에서는 온도의 변동(fluctuation)이 심하기 때문에 원하는 온도로 조절하기가 곤란하고 온도의 안정성이 떨어진다는 단점이 있었으며, 핵자기공명장치에는 상기와 같은 접촉방식을 적용하기가 곤란하다는 문제점이 있었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

따라서, 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 간단한 방식으로, 저온 및 고온의 온도조절이 용이하고, 온도 안정성이 뛰어난 기체분사형 온도조절장치를 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

본 발명은 상기 기술적 과제를 달성하기 위하여,

냉각용 액체 질소(21)를 내포하며 열교환튜브(4)를 내부에 구비하는 액체질소용기(20)와;

기체가 소통되는 내부관(5)을 수용하고 상기 열교환튜브(4)의 일단부와 연결되며 상기 액체질소용기(20)의 외부로 연장되어 있는 이중관 구조의 하부 트랜스퍼 라인(10)과;

일단부는 상기 하부 트랜스퍼 라인(10)과 연결되면서 상기 내부관(5)이 내부로 연장소통되고 타단부는 기체의 온도를 조절하는 온도조절부(50)와 연결되는 이중관 구조의 상부 트랜스퍼 라인(30); 및

온도조절을 위한 온도 컨트롤러(60)를 포함하며,

상기 하부 트랜스퍼 라인(10)의 상단부에는, 상기 하부 트랜스퍼 라인(10) 및 상부 트랜스퍼 라인(30)의 외부관을 진공으로 유지시키기 위한 진공펌프가 연결되는 진공밸브(8) 및, 기체 투입구(1)와 상기 내부관(5)을 연결시키는 제1유입밸브(9)가 설치된 연결부재(6)가 구비되고, 상기 열교환튜브(4)의 타단부는 기체유입관(3)을 거쳐 제2유입밸브(2) 및 기체 투입구(1)와 순차적으로 연결되어 있는 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치를 제공한다.

본 발명의 일 실시예에 의하면, 상기 상부 트랜스퍼 라인(30)의 중간부분에는 벨로우즈(40)가 구비되어 있는 것이 바람직하다.

또한, 상기 온도조절부(50)의 내부에는, 제2내부관(5')의 외측에 구리 메쉬(51) 및 카트리지 히터(52)가 순차적으로 피복되어 있으며, 그 외각은 원통형의 밀폐용기로 이루어진 히터블록(53)이 구비되어 있는 것일 수 있다.

본 발명의 다른 실시예에 의하면, 상기 히터블록(53)의 표면에는 기체의 온도를 감지하기 위한 열전쌍(54)이 구비되어 있는 것일 수 있다.

또한, 상기 온도조절부의(50)의 최종 말단에는 기체 분사를 위한 테프론 노즐(미도시)이 구비되어 있으며, 상기 노즐은 샘플박스(미도시)와 직접 연결되는 것이 바람직하다.

또한, 상기 테프론 노즐의 내부에는 분출되는 기체의 온도측정을 위한 소자가 구비되어 있는 것이 바람직하다.

본 발명의 또 다른 실시예에 의하면, 상기 하부 트랜스퍼 라인(10) 및 상부 트랜스퍼 라인(30)의 내부에 있는 내부관(5)의 표면은 초단열재(7)로 피복되어 있는 것일 수 있다.

본 발명의 바람직한 실시예에 의하면, 상기 하부 트랜스퍼 라인(10) 및 상부 트랜스퍼 라인(30)의 외부관의 압력은 1.0E-3 ~ 5.5E-3 torr인 것일 수 있다.

또한, 상기 내부관(5) 내의 기체의 유속은 2000~6000 cc/min인 것이 바람직하다.

한편, 100K의 저온을 얻으려는 경우에는 상기 하부 트랜스퍼 라인(10) 및 상부 트랜스퍼 라인(30)의 외부관 내의 압력은 2.0E-3이하이고 상기 내부관(5) 내의 기체의 유속은 4000 cc/min 이상인 것이 바람직하다.

이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.

도 1에는 본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치의 개략도가 도시되어 있다. 본 도면을 참조하면 본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치는 액체질소용기(20), 하부 트랜스퍼 라인(10), 상부 트랜스퍼 라인(30); 및 온도 컨트롤러(60)로 이루어지며, 시료의 냉각시 액체질소를 직접적으로 사용하는 것이 아니라 액체질소와 냉매로 사용되는 기체와의 열교환을 통해 냉각시키고, 고온이 필요한 경우에는 히터에 의해 상기 냉매를 가열하는 방식이므로 약 100~500K 내에서 안정적인 온도조절이 가능하다.

본 발명에서 액체질소가 내포되어 있는 상기 액체질소용기(20)는 듀어(dewar) 용기 구조이며, 당업계에 사용되고 있는 액체질소용기이면 제한없이 사용할 수 있다. 일반적으로 상기 액체질소용기는 내통과 내통의 외주연에 일정간격을 두고 외장된 외통으로 구성된 이중의 통구조를 가지고 있으며, 상기 통의 재질 역시 당업계에 통상적으로 사용되는 것이면 특별히 제한되지는 않는데, 예컨대, 내부식성이 강한 스테인레스 스틸 또는 유리섬유 강화플라스틱 등으로 제조될 수 있다.

한편, 상기 내통 및 외통 사이에는 공간이 형성되어 있는데, 상기 공간은 대류에 의해 유입되는 열을 차단하기 위하여 밀폐되어 있으며 진공상태를 유지하고 있다. 또한, 상기 내통과 외통 사이에는 다층의 열반사막 및 열차폐부재가 게재되어 있는데, 상기 열반사막은 상기 각통 사이의 공간으로 침투하는 열을 차단하기 위한 것이다. 이러한 열반사막에 사용되는 재질은 당업계에 통상적으로 사용되는 것이면 특별히 제한되지는 않으며, 예컨대, 마일라(mylar) 시트의 상부에 다수장의 알루미늄 박막을 증착하여 제조할 수 있다. 또한, 상기 열차폐부재는 띠의 형태로 이루어진 금속으로서, 상기 열반사막의 온도상승을 억제하기 위하여 열반사막을 다층으로 배치한 다음, 그 외표면에 구비시킨다.

상기 액체질소용기(20)의 입구는 저온에서도 물성변화가 적은 테프론 가스킷(22)으로 패킹이 되어 있는 것이 일반적인데, 이는 완전한 밀폐구조는 아니며, 열교환에 의해 액체질소가 질소가스로 상변화가 되면 상기 가스킷(22)의 틈새를 통해 외부로 새어나갈 수 있다. 상기 가스킷의 재질은 당업계에서 통상적으로 사용되는것인 한, 어떤 재질이든 사용할 수 있다.

상기 액체질소용기(20)의 내부에는 열교환튜브(4)가 구비되어 있는데, 그 재질은 특별히 제한되지는 않지만 구리로 이루어진 것이 단가 및 성능면에서 바람직하며 열교환을 위해 코일형태로 이루어진 것이 좋다. 상기 열교환튜브(4) 내부로는 기체가 소통되며 액체질소(21)와 열교환을 통해 냉각되게 된다. 상기 기체는 특별히 제한되는 것은 아니지만, 100K 부근까지 안정적으로 냉각이 가능하기 위해서 질소기체 또는 헬륨기체인 것이 바람직하다.

본 발명에 사용되는 하부 트랜스퍼 라인(10) 및 상부 트랜스퍼 라인(30)은 이중관 구조이며, 그 재질은 특별히 제한되는 것은 아니지만 내부식성을 고려하면 스테인레스 스틸이 바람직하다. 상기 이중관 중 외부관의 직경은 특별히 제한되는 것은 아니지만, 내부관(5)의 외경은 5~7mm이고, 내경은 2~4mm인 것이 바람직하다. 상기 내경이 2mm 미만인 때에는 충분한 기체의 유속을 얻을 수 없고, 4mm를 초과할 경우에는 열전달 효율이 떨어질 염려가 있으며, 외경이 5mm 미만인 때에는 내구성이 떨어지고 7mm를 초과할 때에는 열전달 효율이 떨어질 뿐만 아니라, 임의로 구부리기가 힘들기 때문에 샘플 박스에의 장착이 불편하다는 단점이 있다.

상기 하부 트랜스퍼 라인(10)의 일단부는 상기 열교환튜브(4)와 O-링으로 연결되며, 가스킷(22)을 관통하여 외부로 연장되어 있는데, 그 내부에서 내부관(5)이 시작되는 부분과 외부관 사이는 밀폐재(11)를 사용하여 밀폐시킴으로써 외부관의 진공을 유지할 수 있도록 되어 있다. 따라서, 냉각이 된 기체는 열교환튜브(4)를 빠져나와 하브 트랜스퍼 라인(10)의 외부관을 통해 유입된 후, 상기 밀폐재(11)가 구비된 곳부터는 내부관(5)을 통해 소통되게 된다. 상기 밀폐재(11)의 재질은 당업계에서 통상적으로 사용되는 것인 한, 특별히 제한되는 것은 아니며, 탄성재질의 합성고무 등을 사용할 수도 있지만, 완벽한 밀폐를 위해서는 용접을 하는 것이 더욱 바람직하다.

상기 하부 트랜스퍼 라인(10)의 상단부에는, 상기 하부 트랜스퍼 라인(10) 및 상부 트랜스퍼 라인(30)의 외부관을 진공으로 유지시키기 위한 진공펌프가 연결되는 진공밸브(8) 및, 기체 투입구(1)와 상기 내부관(5)을 연결시키는 제1유입밸브(9)가 설치된 연결부재(6)가 구비되어 있는데, 상기 연결부재(6)의 재질 역시 특별히 제한되는 것은 아니며, 내부식성을 고려할 때 스테인레스 스틸인 것이 바람직하다. 한편, 상기 제1유입밸브(9)는 그 형태가 특별히 제한되는 것은 아니지만, 바이패스 볼 밸브(bypass ball valve)인 것이 바람직하다. 상기 진공펌프 역시 10^{-3} torr의 진공을 얻을 수 있는 한, 특별히 제한되지 않으며, 로터리식 진공펌프도 사용할 수 있다.

상기 열교환 튜브(4)의 타단부는 기체유입관(3)을 거쳐 제2유입밸브(2) 및 기체 투입구(1)와 순차적으로 연결되어 있는데, 상기 기체유입관의 재질 역시 특별히 제한되지 않으며, 스테인레스 스틸을 사용할 수 있다.

본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치의 작동시 기체의 온도를 고온으로 유지시킬 필요가 있는 경우에는 제1유입밸브(9)를 열고 제2유입밸브(2)를 닫아, 기체 투입구(1)로 투입되는 기체가 액체질소용기(20) 내로 들어가지 않고 바로 연결부재 내의 내부관(5)로 유입되도록 하며, 기체의 온도를 저온으로 유지시킬 필요가 있는 때에는 상기 제1유입밸브(9)를 닫고 제2유입밸브(2)를 열어 기체 투입구(1)로 투입되는 기체가 액체질소용기(20) 내의 열교환튜브(4)로 유입되도록 한다.

한편, 본 발명에 따른 장치에서 상부 트랜스퍼 라인(30)의 중간부분에는 벨로우즈가 구비되어 있는 것이 바람직한데, 이는 상부 트랜스퍼 라인(30)을 임의로 절곡가능케 하여 샘플박스에의 장착이 용이하도록 한다.

상기 하부 트랜스퍼 라인(10) 및 상부 트랜스퍼 라인(30)의 내부에 있는 내부관(5)의 표면은 초단열재(superinsulator, 7)로 피복되어 있는 것이 바람직한데, 외부관과 내부관 사이는 진공이기 때문에 대류 또는 전도에 의한 열전달은 존재하지 않지만, 복사에 의한 열전달이 존재할 수 있기 때문에 복사열을 최소화하기 위한 것이다. 상기 초단열재는 당업계에서 사용되는 것이면 특별히 제한되지는 않지만, 마일라 시트 (mylar sheet)를 사용하는 것이 바람직하다.

도 2에는 본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치의 온도조절부에 대한 확대도가 도시되어 있다. 이를 참조하면, 본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치의 온도조절부(50)의 내부에는, 제2내부관(5')의 외측에 구리 메쉬(51) 및 카트리지 히터(52)가 순차적으로 피복되어 있으며, 그 외각은 스테인레스 스틸 등으로 이루어진 밀폐용기로 이루어진 히터블록(53)이 구비되어 있는 것이 바람직한데, 이는 분사되기 직전의 기체의 온도를 최종적으로 조절하는 역할을 한다. 상기 제2내부관(5')은 트랜스퍼 라인에 사용되는 내부관(5)을 그대로 연장한 것일 수도 있지만, 온도조절의 용이성을 위해 직경이 더 작은 관을 사용할 수도 있다.

상기 온도조절부는 기체의 온도를 감지한 후 카트리지 히터(52)를 통해 가열함으로써 원하는 소정의 온도로 조절하기 위한 것인데, 상기 구리 메쉬(51)는 제2내부관(5')의 표면에 피복되어 온도 버퍼(buffer)의 역할을 한다.

한편, 상기 히터블록(53)의 표면에는 온도 컨트롤러와 연결되어 있는 열전쌍(54)이 구비되어 있는데, 이는 히터블록(53) 내부로 유입되는 기체의 온도를 감지하여 온도 컨트롤러(60)에 입력시킴으로써 피드백에 의해 온도를 조절할 수 있도록 한다. 이러한 열전쌍의 종류는 특별히 제한되는 것은 아니지만, K-타입 열전쌍을 사용하는 것이 바람직하며, 상기 열전쌍(54)의 외부는 열에 의한 내구성 열화를 방지하기 위해 내화물로 피복되어 있는 것이 바람직하다. 상기 카트리지 히터(52)와 열전쌍(54)은 핀 피드쓰루(미도시)에 연결되어 있으며, 상기 핀 피드쓰루의 종류는 당업계에서 통상적으로 사용되는 것이면 특별히 제한되지는 않는다.

상기 온도조절부의(50)의 최종 말단에 있는 제2내부관(5')에는 기체 분사를 위한 테프론 노즐을 별도로 연결시킬 수 있도록 나사탭이 구비되어 있는 것이 바람직하며, 이러한 테프론 노즐은 샘플박스와 직접 연결시킴으로써, 냉각기체가 외부와 직접적으로 접촉하지 않도록 하여 스노우(snow)의 생성을 방지할 수 있다.

한편, 상기 제2내부관(5')의 내부 또는 상기 테프론 노즐의 내부에는 분출되는 기체의 온도측정을 위한 소자(미도시)를 구비시킴으로써 최종적으로 분출되는 기체의 온도를 측정할 수 있도록 하는 것이 바람직하다. 상기 소자로서는 K-타입 열전쌍이 바람직하지만 이에 한정되는 것은 아니며 열적질량(Thermal mass)이 크지 않도록 가능한 작은 크기의, 다른 센서(예, Silicon Diode bare type)를 사용할 수도 있다.

본 발명에 사용되는 온도 컨트롤러(60)는 당업계에서 통상적으로 사용되는 것이면 특별히 제한되지 않으며, 상기 카트리지 히터(52), 열전쌍(54) 및 제2내부관(5')의 내부 또는 테프론 노즐의 내부에 구비되어 있는 온도측정을 위한 소자와 연결되어 온도를 조절할 수 있도록 설계되어 있다. 본 발명의 일 실시예에서는 한영전자의 제품명 NP-200을 사용하였다.

본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치에서, 하부 트랜스퍼 라인(10) 및 상부 트랜스퍼 라인(30)의 외부관의 압력은 1.0E-3 ~ 5.5E-3 torr인 것이 바람직한데, 5.5E-3 torr 보다 압력이 높은 경우에는 진공도가 떨어지기 때문에 외부로의 열전달이 일어나서 원하는 온도로 조절하기가 용이하지 않고, 1.0E-3 torr 보다 낮은 압력이라도 문제가 되는 것은 아니지만, 기계적인 펌프로는 이처럼 낮은 압력에 도달하기 어렵기 때문에 터보 펌프 등 별도의 특수 펌프를 사용해야 한다는 문제가 있다.

한편, 상기 내부관 내를 흐르는 기체의 유속은 2000~6000 cc/min인 것이 바람직한데, 유속이 2000cc/min이면, 소정 온도로 조절하는데 시간이 너무 많이 소요되며, 특히 약 100K의 극저온에 도달할 수 없다는 문제가 있고, 6000cc/min 이상인 경우에는 특별한 문제는 없지만, 기체의 사용량이 너무 많아지기 때문에 경제적으로 바람직하지 않다.

본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치를 이용하여, 100K의 저온을 얻으려는 경우에는 상기 하부 트랜스퍼 라인 및 상부 트랜스퍼 라인의 외부관 내의 압력은 2.0E-3이하이고 기체의 유속은 4000 cc/min 이상이어야 한다.

본 발명에서 진공펌프를 이용하여 진공을 유지시키는 경우 벨로우즈 부분이 약간 수축하게 되지만 성능에는 큰 영향을 미치지 않는다. 한편, 진공이 잡힌 후라도 진공밸브를 닫은 후에는 내부에서 계속해서 아웃개싱(Outgassing)이 발생할 수 있기 때문에 실험 중간 중간에 진공을 다시 잡아주거나 진공밸브를 계속 열어둔 채 본 장치를 사용할 필요가 있다.

본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치를 사용하기 전에 트랜스퍼 라인에 질소기체를 충분히 퍼징함으로써 내부에 공기가 들어있지 않도록 하는 것이 필요하다. 그 이유는 내부에 공기가 들어 있는 경우에는 저온에서 얼어 붙어 트랜스퍼 라인이 폐색될 염려가 있기 때문이다.

이미 언급한 바와 같이. 저온을 유지해야 하는 경우에는 제1유입밸브를 닫고 제2유입밸브를 열어 기체가 액체질소용기 내로 들어가도록 하며, 고온을 유지해야 하는 경우에는 반대로 제1유입밸브를 열고 제2유입밸브를 닫아 기체가 바로 트랜스퍼 라인으로 유입되도록 하면 되지만, 필요에 따라 적당한 정도의 냉각효과를 주기 위해서 제2유입밸브를 약간 열어서 기체의 온도를 조절할 수도 있다.

이하, 바람직한 실시예를 들어 본 발명을 더욱 상세히 설명하지만, 본 발명이 이에 의해 제한되는 것은 아니다.

실시예 1

길이 50cm, 외경 15mm, 내경 12mm의 외부관 및 총 길이 1m, 외경 6.35mm, 내경 3.87mm의 내부관으로 이루어진 하부 트랜스퍼 라인을 테프론 가스킷을 통과하도록 하고, 그 말단 부위를, 외경 6mm, 내경 5mm인 구리튜브코일로 이루어진 열교환튜브와 O-링을 사용하여 연결하였다. 한편, 상기 열교환튜브의 다른 말단은 외경 8mm, 내경 7mm인 기체유입관과 연결시키고 상기 기체유입관이 테프론 가스킷을 통과하여 외부로 연장되도록 설치하였다. 다음으로, 진공밸브와 바이패스 볼 밸브가 구비되어 있는 연결부재의 일말단을 상기 하부 트랜스퍼 라인의 다른 말단에 연결시키고, 상기 연결부재의 다른 말단에는 길이 50cm, 외경 45mm, 내경 43mm이고, 중간 부분 (20~25cm 지점)에 벨로우즈가 형성되어 있는 상부 트랜스퍼 라인을 연결하였다. 한편, 상기 연결부재와 상부 트랜스퍼 라인의 내부에 구비되는 내부관의 외측은 마일라 시트로 피복하였다. 상기 상부 트랜스퍼 라인의 다른 말단에는 스테인레스 스틸로 제조된 온도조절부를 연결시켰는데, 상기 온도조절부에는 제2내부관으로서 외경 3mm, 내경 2mm인 스테인레스관을 별도로 사용하였으며, 상부 트랜스퍼라인에 사용된 내부관과 연결시켰다. 한편, 상기 온도조절부의 제2내부관의 외측에는 구리 메쉬 및 50오옴, 50와트의 카트리지 히터를 순차적으로 피복하고, 그 최 외각에는 스테인레스 스틸로 이루어진 밀폐용기를 설치하여 히터블록을 제조하였으며, 상기 히터블록의 표면에는 K-타입 열전쌍을 설치하였는데, 상기 카트리지 히터와 열전쌍은 10 핀 피드쓰루에 연결하고 외부의 온도 컨트롤러(NP-200, 한영전자 제조)와 연결하였다. 마지막으로, 상기 제2내부관의 말단에 길이 25mm의 테플론 노즐을 연결하고 이를 직접 샘플 박스에 연결한 다음, 액체질소가 담겨져 있으며, 유리섬유 강화플라스틱으로 제조된 액체질소용기에 상기 하부 트랜스퍼 라인과 기체 유입관이 관통되어 있는 가스킷으로 패킹하여 기체분사형 온도조절장치를 제조하였다.

시험예 1

질소기체를 사용하여 본 발명에 따른 온도조절장치의 온도조절 효과를 측정하였다. 상기 질소기체의 유속은 2000~5000cc/min으로 시간에 따라 점진적으로 변경하였으며, 트랜스퍼 라인의 압력은 1.8E-3 ~ 5.5E-3 torr 의 범위에서 점진적으로 변화시키며, 분사되는 기체의 온도변화를 측정하여 그 결과를 도 3에 나타내었다.

도 3을 참조하면, 약 100K 부근의 극저온을 얻기 위해서는 최소 4000cc/min 이상의 유속이 필요함을 알 수 있다. 상기 실험을 시작한 후, 약 55분경에 진공밸브를 닫았는데, 약 13분이 경과한 후 트랜스퍼 라인의 압력이 4E-3 torr에 이르게 되자 온도가 다시 상승하고, 다시 진공밸브를 열기 시작한 68분부터 진공도가 개선됨에 따라 다시 온도가 떨어지는 것을 확인할 수 있다. 이는 진공을 잡은 후 진공밸브를 닫게 되면, 아웃개싱에 의해 진공도가 유지되지 않기 때문인데, 이를 방지하기 위해서는 진공밸브를 계속 열어둔 채 실험을 하는 것이 바람직하다.

시험예 2

진공펌프를 계속 가동하며, 진공밸브를 열어둔 채로 본 발명에 따른 온도조절장치의 온도조절 효과를 측정하였다. 상기 질소기체의 유속은 4000~4500cc/min으로 시간에 따라 점진적으로 변경하였으며, 트랜스퍼 라인의 압력은 1.5E-3 torr로 일정하게 유지시키며, 분사되는 기체의 온도변화를 측정하여 그 결과를 도 4에 나타내었다.

도 4를 참조하면, 유속이 4000 cc/min일 경우 최저 온도는 약 100K였고 유속이 4500 cc/min일 경우 최저온도는 약 87K이었다. 만일 터보 펌프로(Turbo pump)로 펌핑할 경우 최저온도는 더 떨어질 것이며 냉각시간은 더 빨라질 수 있을 것이다. 일반적으로 진공이 2E-3 torr 이하이고 유속이 5000 cc/min 이상이면 90K 근처의 온도에 도달할 수 있다.

시험예 3

진공펌프를 계속 가동하며, 진공밸브를 열어둔 채로 본 발명에 따른 온도조절장치의 온도조절 효과를 측정하였다. 상기 질소기체의 유속은 1000~5000cc/min으로 시간에 따라 점진적으로 변경하였으며, 트랜스퍼 라인의 압력은 1.5E-3 torr로 일정하게 유지시키며, 세팅 온도, 히터의 파워, 그에 따른 분사 기체의 온도를 도 5에 나타내었다. 도 5를 참조하면 -200℃에서 300℃까지 세팅 온도를 변화시키며, 분사되는 질소기체의 실제 온도를 측정한 결과 약 -173℃에서 210℃까지 질소기체의 온도를 신속하고도 안정적으로 제어할 수 있다는 것을 확인할 수 있으며, 일반적인 전기로의 경우 분당 5℃ 정도 온도를 상승시킬 수 있는데 반하여, 본 발명에서는 약 -173℃에서 200℃까지 상승시키는데 30분가량이 소요되므로 온도조절이 매우 신속하다는 것을 확인할 수 있다. 도 5에서 컨트롤 온도(control temp)는 히터블록 표면에 있는 K-타입 열전쌍에서 감지한 온도이다.

발명의 효과

상기에서 살펴본 바와 같이, 본 발명에 따른 기체분사형 온도조절장치는 시료의 냉각시 액체질소를 직접적으로 사용하는 것이 아니라 액체질소와 냉매로 사용되는 기체와의 열교환을 통해 냉각시키는 방식이므로 특히 저온에서 온도의 안정성이 뛰어나며, 카트리지 히터를 병용하기 때문에 전체적으로 약 100~500K의 온도를 조절할 수 있으며, DSC, NMR, 유전율 측정장비 또는 임피던스 측정장치 등 다양한 물성의 측정장비에 사용가능하고, 측정 시료의 온도를 원하는 온도로 신속히 조절할 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

냉각용 액체 질소를 내포하며 열교환튜브를 내부에 구비하는 액체질소용기;

기체가 소통되는 내부관을 수용하고, 상기 열교환튜브의 일단부와 연결되며 상기 액체질소용기의 외부로 연장되어 있는 이중관 구조의 하부 트랜스퍼 라인;

일단부는 상기 하부 트랜스퍼 라인과 연결되면서 상기 내부관이 내부로 연장소통되고 타단부는 기체의 온도를 조절하는 온도조절부와 연결되는 이중관 구조의 상부 트랜스퍼 라인; 및

온도조절을 위한 온도 컨트롤러를 포함하며,

상기 하부 트랜스퍼 라인의 상단부에는, 상기 하부 트랜스퍼 라인 및 상부 트랜스퍼 라인의 외부관을 진공으로 유지시키기 위한 진공펌프가 연결되는 진공밸브 및, 기체 투입구와 상기 내부관을 연결시키는 제1유입밸브가 설치된 연결부재가 구비되고, 상기 열교환튜브의 타단부는 기체유입관을 거쳐 제2유입밸브 및 기체 투입구와 순차적으로 연결되어 있는 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

청구항 2.

제 1항에 있어서, 상기 기체는 질소 또는 헬륨인 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

청구항 3.

제 1항에 있어서, 상기 상부 트랜스퍼 라인의 중간부분에는 벨로우즈가 구비되어 있는 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

청구항 4.

제 1항에 있어서, 상기 온도조절부의 내부에는, 제2내부관의 외측에 구리 메쉬 및 카트리지 히터가 순차적으로 피복되어 있으며, 그 외각은 원통형의 밀폐용기로 이루어진 히터블록이 구비되어 있는 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

청구항 5.

제 4항에 있어서, 상기 히터블록의 표면에는 기체의 온도를 감지하기 위한 열전쌍이 구비되어 있는 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

청구항 6.

제 1항에 있어서, 상기 온도조절부의의 최종 말단에는 기체 분사를 위한 테프론 노즐이 구비되어 있으며, 상기 노즐은 샘플박스와 직접 연결되는 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

청구항 7.

제 6항에 있어서, 상기 테프론 노즐의 내부에는 분출되는 기체의 온도측정을 위한 소자가 구비되어 있는 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

청구항 8.

제 1항에 있어서, 상기 하부 트랜스퍼 라인 및 상부 트랜스퍼 라인의 내부에 있는 내부관의 표면은 초단열재로 피복되어 있는 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

청구항 9.

제 1항에 있어서, 상기 하부 트랜스퍼 라인 및 상부 트랜스퍼 라인의 외부관의 압력은 1.0E-3 ~ 5.5E-3 torr인 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

청구항 10.

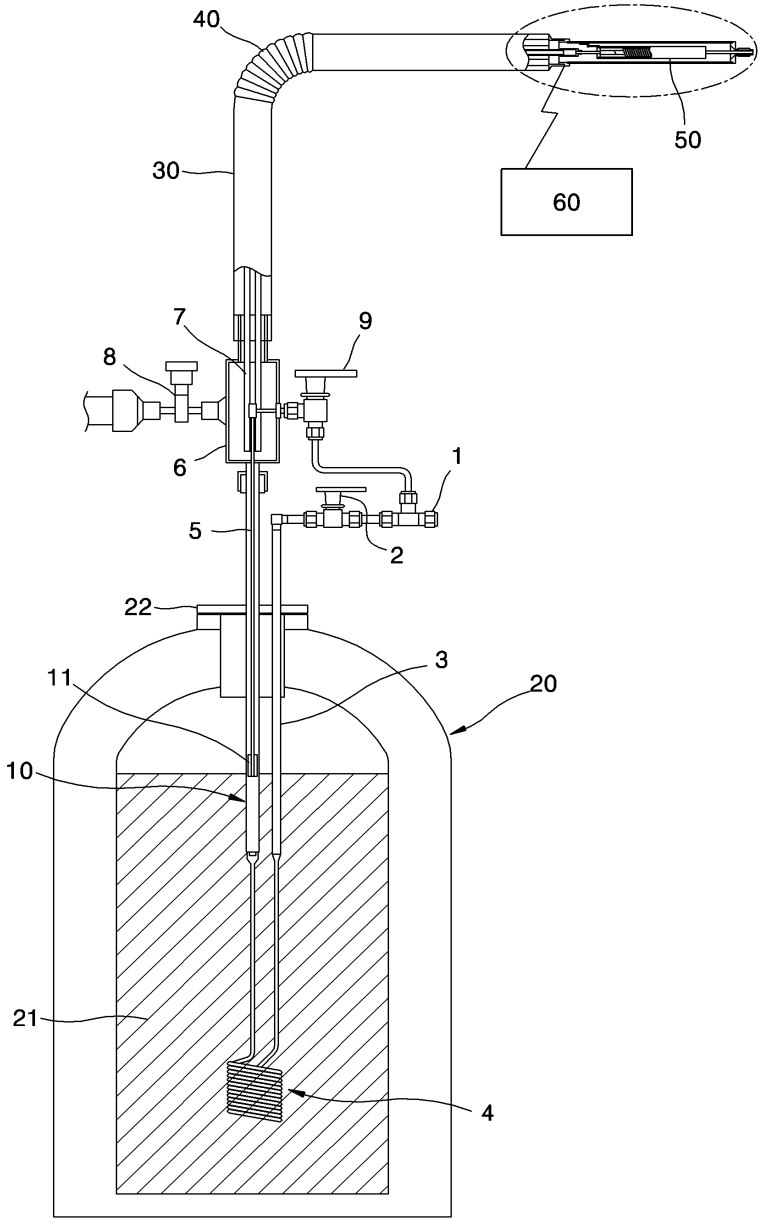
제 1항에 있어서, 상기 내부관 내의 기체의 유속은 2000~6000 cc/min인 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

청구항 11.

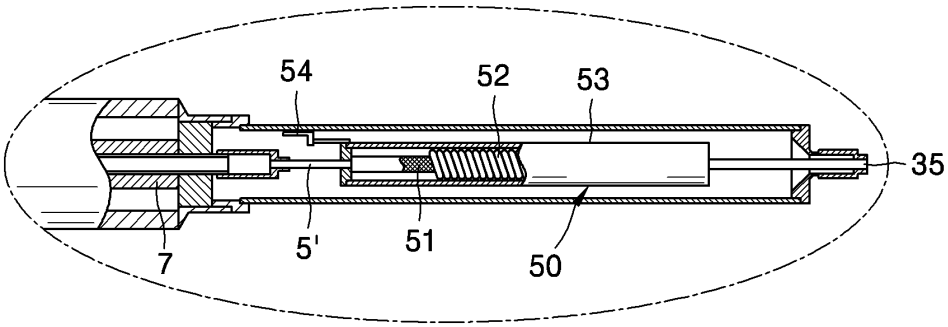
제 1항에 있어서, 100K의 저온을 얻으려는 경우의 상기 하부 트랜스퍼 라인 및 상부 트랜스퍼 라인의 외부관 내의 압력은 2.0E-3이하이고 상기 내부관 내의 기체의 유속은 4000 cc/min 이상인 것을 특징으로 하는 기체분사형 온도조절장치.

도면

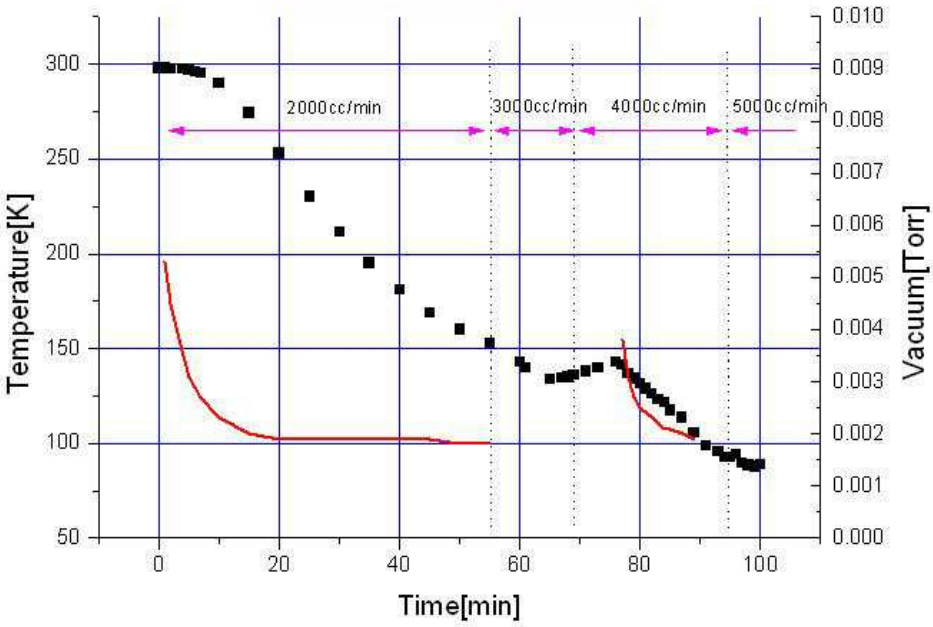
도면1



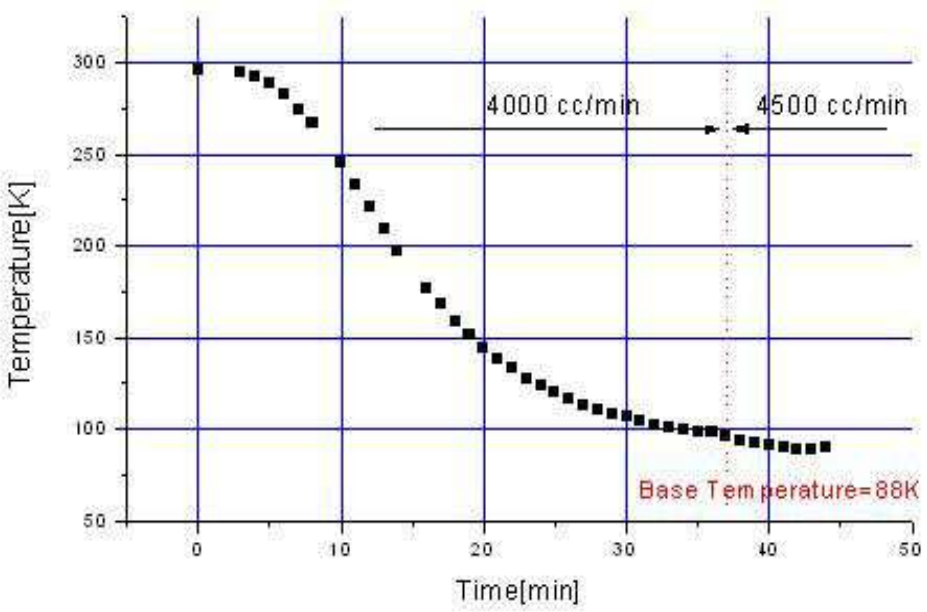
도면2


54
52
53
35
7
5'
51
50

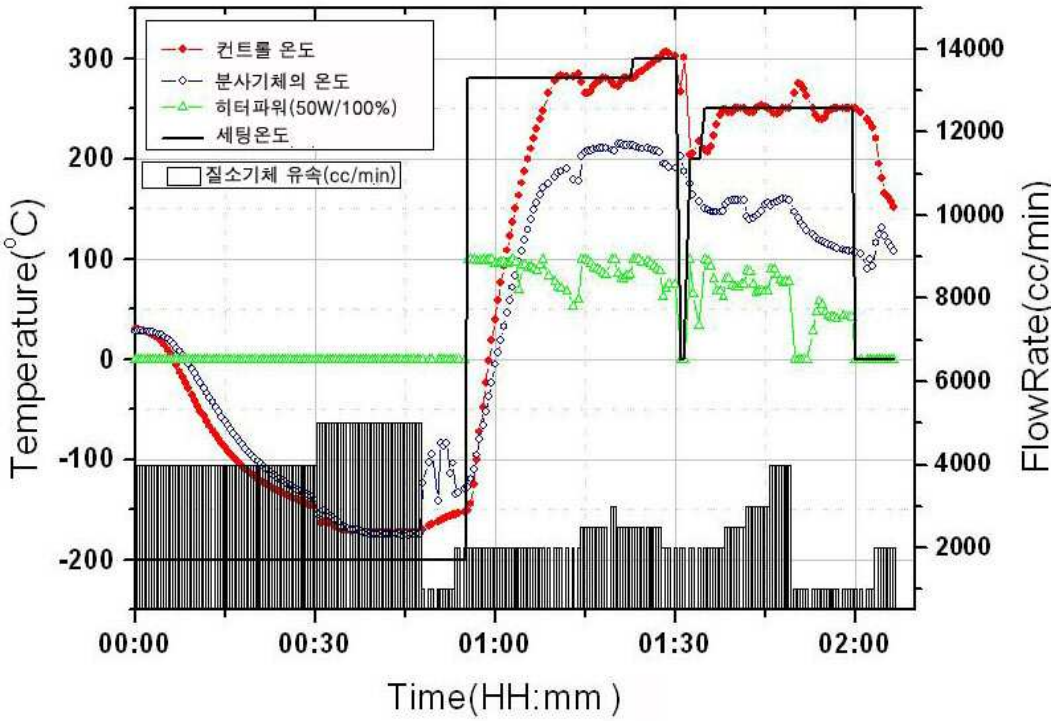
도면3


2000cc/min
3000cc/min
4000cc/min
5000cc/min
Temperature[K]
Vacuum[Torr]
Time[min]
300
250
200
150
100
50
0
20
40
60
80
100
0.010
0.009
0.008
0.007
0.006
0.005
0.004
0.003
0.002
0.001
0.000

도면4


Temperature[K]
Time[min]
4000 cc/min
4500 cc/min
Base Temperature=88K
300
250
200
150
100
50
0
10
20
30
40
50

도면5


컨트롤 온도
분사기체의 온도
히터파워(50W/100%)
세팅온도
질소기체 유속(cc/min)
Temperature(°C)
FlowRate(cc/min)
Time(HH:mm)
300
200
100
0
-100
-200
14000
12000
10000
8000
6000
4000
2000
00:00
00:30
01:00
01:30
02:00