



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0018696
(43) 공개일자 2023년02월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 1/42 (2006.01) G01N 1/36 (2006.01)
G01N 21/35 (2014.01)
(52) CPC특허분류
G01N 1/42 (2013.01)
G01N 1/36 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0100537
(22) 출원일자 2021년07월30일
심사청구일자 2021년07월30일

(71) 출원인
고려대학교 산학협력단
서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암
동5가)
기초과학연구원
대전광역시 유성구 엑스포로 55(도룡동)
(72) 발명자
곽경원
서울특별시 양천구 목동중앙로 143, 104동 1407
호(목동, 목동1차우성아파트)
채영석
경기도 김포시 통진읍 서암로183번길 35-42
(74) 대리인
특허법인다나

전체 청구항 수 : 총 10 항

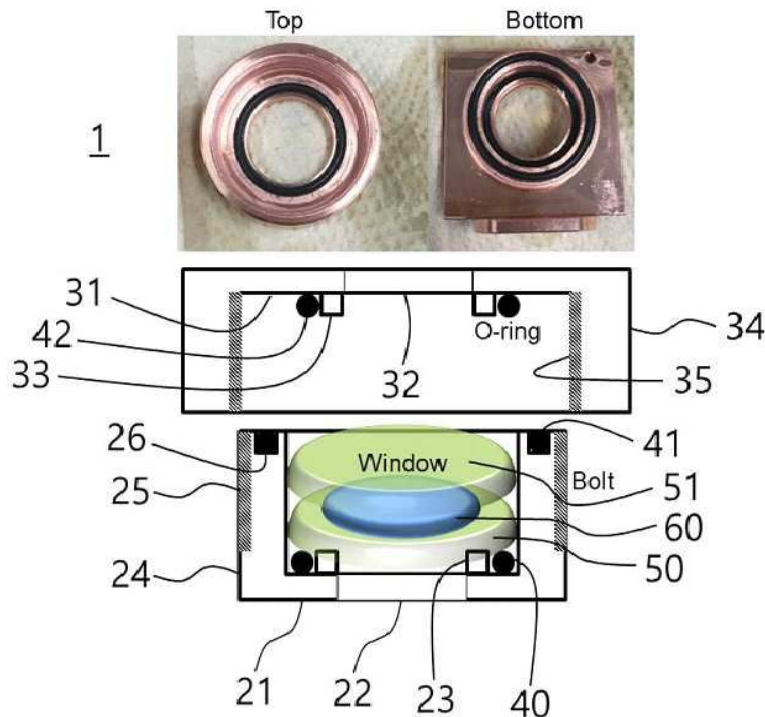
(54) 발명의 명칭 적외선 분광학용 저온 유지장치의 액체 시료 홀더

(57) 요약

본 발명은 적외선 분광학용 저온 유지장치의 액체 시료 홀더에 관한 것으로: 판형으로 이루어지고 원형의 제1개구를 갖는 제1본체; 제1본체 상에 결합되고 원형의 제2개구를 갖는 원형 하판, 하판의 주연부로부터 위쪽으로 연장되는 원통형 제1측판, 제2개구의 둘레를 따라 하판으로부터 위쪽으로 돌출되는 링 형태의 제1돌기, 제1측판의

(뒷면에 계속)

대표도 - 도4



상면에 형성되는 링 형태의 제1홈, 제1측판의 외주면에 형성되는 제1나사산을 구비하는 제2본체; 제1측판의 상면에 밀착되고 원형의 제3개구를 갖는 원형 상판, 상판의 주연부로부터 아래쪽으로 연장되는 원통형 제2측판, 제3개구의 둘레를 따라 상판으로부터 아래쪽으로 돌출되는 링 형태의 제2돌기, 제2측판의 내주면에 형성되어 제1나사산과 맞물려서 나사 결합하는 제2나사산을 구비하는 덮개; 제1돌기의 외주면으로 끼워지는 제1오링; 제1홈에 끼워지는 제2오링; 제2돌기의 외주면으로 끼워지는 제3오링; 및 제1오링과 제2오링 및 제3오링의 표면에 각각 도포되는 진공 그리스를 포함하는 시료 홀더를 제공한다.

(52) CPC특허분류

G01N 21/35 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711101390
과제번호	IBS-R023-D1-2019-A00
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	기초과학연구원
연구사업명	기초과학 연구단사업
연구과제명	분자 분광학 및 동력학 연구
기 여 율	1/2
과제수행기관명	기초과학연구원
연구기간	2019.01.01 ~ 2019.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711122875
과제번호	IBS-R023-D1-2020-A00
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	기초과학연구원
연구사업명	기초과학 연구단사업
연구과제명	분자 분광학 및 동력학 연구
기 여 율	1/2
과제수행기관명	기초과학연구원
연구기간	2020.01.01 ~ 2020.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

판형으로 이루어지고 원형의 제1개구를 갖는 제1본체;

제1본체 상에 결합되고 원형의 제2개구를 갖는 원형 하판, 하판의 주연부로부터 위쪽으로 연장되는 원통형 제1측판, 제2개구의 둘레를 따라 하판으로부터 위쪽으로 돌출되는 링 형태의 제1돌기, 제1측판의 상면에 형성되는 링 형태의 제1홈, 제1측판의 외주면에 형성되는 제1나사산을 구비하는 제2본체;

제1측판의 상면에 밀착되고 원형의 제3개구를 갖는 원형 상판, 상판의 주연부로부터 아래쪽으로 연장되는 원통형 제2측판, 제3개구의 둘레를 따라 상판으로부터 아래쪽으로 돌출되는 링 형태의 제2돌기, 제2측판의 내주면에 형성되어 제1나사산과 맞물려서 나사 결합하는 제2나사산을 구비하는 덮개;

제1돌기의 외주면으로 끼워지는 제1오링;

제1홈에 끼워지는 제2오링;

제2돌기의 외주면으로 끼워지는 제3오링; 및

제1오링과 제2오링 및 제3오링의 표면에 각각 도포되는 진공 그리스를 포함하는 시료 홀더.

청구항 2

제1항에 있어서,

제1돌기의 상면에 밀착되는 제1윈도우; 제2돌기의 하면에 밀착되는 제2윈도우; 제1윈도우와 제2윈도우 사이의 공간에 수용되는 액체 시료; 및 제1윈도우와 제2윈도우 및 이들 사이의 공간을 감싸서 밀봉시키는 파라 필름을 추가로 포함하는 시료 홀더.

청구항 3

제1항에 있어서,

시료 홀더는 적외선 분광학용 저온 유지장치의 액체 시료 홀더인 시료 홀더.

청구항 4

제1항에 있어서,

제1본체와 제2본체 및 덮개는 구리로 제작되고;

제1오링과 제2오링 및 제3오링은 실리콘 오링이며;

진공 그리스는 정제된 실리콘 오일을 기유로 실리카 미분말을 배합한 오일 컴파운드인 시료 홀더.

청구항 5

제1항에 있어서,

제1본체는 나사 홀을 포함하고, 나사 홀에는 온도센서가 장착되는 시료 홀더.

청구항 6

제1항에 있어서,

제2본체의 상부 및 덮개의 하부는 개방되고;

제1개구와 제2개구 및 제3개구는 동일한 크기를 가지면서 높이방향을 따라 동축으로 정렬되며;

제1돌기와 제2돌기도 동일한 크기를 가지면서 높이방향을 따라 동축으로 정렬되는 시료 홀더.

청구항 7

저온 유지장치; 및

저온 유지장치에 장착되는 제1항에 따른 시료 홀더를 포함하는 적외선 분광기기.

청구항 8

제7항에 있어서,

저온 유지장치는: 하우징; 하우징의 내부에 배치되고 냉각용 액체 질소가 흐르는 냉각관; 하우징에 설치되는 히터; 및 하우징과 냉각관의 사이 공간과 연결되는 진공펌프 연결관을 포함하는 적외선 분광기기.

청구항 9

제7항에 따른 적외선 분광기기를 이용한 분석방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

저온 상태에서 액체 시료의 변화를 관측하는 분석방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 저온 유지장치(cryostat)의 시료 홀더(holder)에 관한 것으로, 보다 상세하게는 저온 유지장치와 적외선(IR) 분광기기를 결합하여 저온 액체 시료의 적외선 스펙트럼 관측을 가능하게 하는 시료 홀더에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 저온 유지장치는 액체 질소와 열선의 균형으로 온도가 조절되는데, 금속의 열전도 현상을 이용하여 시료의 온도를 변화시킬 수 있다. 시료를 저온 유지장치에 안착시키는데 사용되는 시료 홀더는 구리 금속으로 이루어져 열전도가 용이하며, 시료의 위치를 고정시켜 분광학을 이용한 시료 분석을 가능하게 한다.

[0003] 도 8과 같은 기존의 저온 유지장치용 시료 홀더는 고체 시료에만 활용이 가능하다. 이는 저온 유지장치 내부의 단열을 위해 사용되는 진공펌프 때문인데, 도 7의 하부에 황색 화살표로 표시된 바와 같이, 진공을 잡는 과정에서 액체 시료의 경우 증발하게 되어 관측이 불가능하다. 또한, 진공을 잡지 않을 경우 물의 응결 현상 때문에 시료에 물방울이 맺혀 관측이 불가능하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 본 발명의 목적은 저온 액체 시료의 적외선 분광학 분석이 가능한 시료 홀더를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0005] 본 발명은 상술한 목적을 달성하기 위해: 판형으로 이루어지고 원형의 제1개구(opening)를 갖는 제1본체; 제1본체 상에 결합되고 원형의 제2개구를 갖는 원형 하판, 하판의 주연부(둘레의 가장자리)로부터 위쪽으로 연장되는 원통형 제1측판, 제2개구의 둘레를 따라 하판으로부터 위쪽으로 돌출되는 링 형태의 제1돌기, 제1측판의 상면에 형성되는 링 형태의 제1홈, 제1측판의 외주면에 형성되는 제1나사산을 구비하는 제2본체; 제1측판의 상면에 밀착되고 원형의 제3개구를 갖는 원형 상판, 상판의 주연부로부터 아래쪽으로 연장되는 원통형 제2측판, 제3개구의 둘레를 따라 상판으로부터 아래쪽으로 돌출되는 링 형태의 제2돌기, 제2측판의 내주면에 형성되어 제1나사산과 맞물려서 나사 결합하는 제2나사산을 구비하는 덮개; 제1돌기의 외주면으로 끼워지는 제1오링(O-ring); 제1홈에 끼워지는 제2오링; 제2돌기의 외주면으로 끼워지는 제3오링; 및 제1오링과 제2오링 및 제3오링의 표면에 각각 도포되는 진공 그리스(grease)를 포함하는 시료 홀더를 제공한다.

- [0006] 본 발명에 따른 시료 홀더는 제1돌기의 상면에 밀착되는 제1윈도우(window); 제2돌기의 하면에 밀착되는 제2윈도우; 제1윈도우와 제2윈도우 사이의 공간에 수용되는 액체 시료; 및 제1윈도우와 제2윈도우 및 이들 사이의 공간을 감싸서 밀봉시키는 파라 필름(para film)을 추가로 포함할 수 있다.
- [0007] 본 발명에서 시료 홀더는 적외선 분광학용 저온 유지장치의 액체 시료 홀더일 수 있다.
- [0008] 본 발명에서 제1본체와 제2본체 및 덮개는 구리(Cu)로 제작되고; 제1오링과 제2오링 및 제3오링은 실리콘 오링이며; 진공 그리스는 정제된 실리콘 오일을 기유로 실리카 미분말을 배합한 오일 컴파운드(compound)일 수 있다.
- [0009] 본 발명에서 제1본체는 나사 홀(hole)을 포함하고, 나사 홀에는 온도센서가 장착될 수 있다.
- [0010] 본 발명에서 제2본체의 상부 및 덮개의 하부는 개방되고; 제1개구와 제2개구 및 제3개구는 동일한 크기를 가지면서 높이방향을 따라 동축(동심)으로 정렬되며; 제1돌기와 제2돌기도 동일한 크기를 가지면서 높이방향을 따라 동축으로 정렬될 수 있다.
- [0011] 또한, 본 발명은 저온 유지장치; 및 저온 유지장치에 장착되는 상술한 시료 홀더를 포함하는 적외선 분광기기를 제공한다.
- [0012] 본 발명에서 저온 유지장치는: 하우징(housing); 하우징의 내부에 배치되고 냉각용 액체 질소가 흐르는 냉각관; 하우징에 설치되는 히터; 및 하우징과 냉각관의 사이 공간과 연결되는 진공펌프 연결관을 포함할 수 있다.
- [0013] 또한, 본 발명은 상술한 적외선 분광기기를 이용한 분석방법을 제공한다.
- [0014] 본 발명에 따른 방법에서는 저온 상태에서 액체 시료의 변화를 관측할 수 있다.

발명의 효과

- [0015] 본 발명에 따른 적외선 분광학용 저온 유지장치의 액체 시료 홀더는 실리콘 오링과 진공 그리스 및 적외선 분광학용 윈도우를 활용하여 액체 시료를 감싸 증발을 막을 수 있다. 이로 인해 저온 액체 시료의 적외선 분광학 분석이 가능하다.

도면의 간단한 설명

- [0016] 도 1은 본 발명에 따른 시료 홀더 중 제1본체의 구성도이다.
- 도 2는 본 발명에 따른 시료 홀더 중 제2본체의 구성도이다.
- 도 3은 본 발명에 따른 시료 홀더 중 덮개의 구성도이다.
- 도 4는 본 발명에 따른 시료 홀더의 전체적인 구성도이다.
- 도 5는 본 발명에 따른 시료 홀더의 조립 후 사진이다.
- 도 6은 저온 유지장치의 모식도이다.
- 도 7은 적외선 분광기기의 구성도이다.
- 도 8은 상용화된 저온 유지장치용 시료 홀더의 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0017] 이하, 첨부도면을 참고하여 본 발명을 상세하게 설명한다.
- [0018] 도 1 내지 5에 따르면, 본 발명에 따른 시료 홀더(1)는 제1본체(10), 제2본체(20), 덮개(30), 오링(40, 41, 42), 진공 그리스(미-도시), 윈도우(50, 51), 샘플(60), 파라 필름(미-도시) 등으로 구성될 수 있다. 본 발명에 따른 시료 홀더(1)는 적외선 분광학용 저온 유지장치의 액체 시료 홀더로서 바람직하게 사용될 수 있다.
- [0019] 도 1을 참고하면, 제1본체(10)는 제1판(11), 제1개구(12), 제2판(13), 나사 홀(14) 등으로 구성될 수 있다. 도 1의 좌측 도면은 제2판(13)을 바닥으로 하여 세운 후 옆에서 바라 본 측면도이고, 우측 도면은 위에서 바라 본 평면도이다. 제1본체(10)는 열전도가 우수한 구리(Cu) 등과 같은 금속으로 제작될 수 있다.
- [0020] 제1판(11)은 제2본체(20)와의 결합을 위한 것으로, 예시된 사각형 판 등의 판형으로 이루어질 수 있다. 사각형

판의 경우, 한 변(세로)의 길이는 예를 들어 44 ± 5 mm, 다른 한 변(가로)의 길이는 예를 들어 47.1 ± 5 mm, 두께는 예를 들어 4 ± 1 mm일 수 있다.

- [0021] 제1개구(12)는 적외선 광원이 윈도우(50, 51)와 샘플(60)을 통과하는데 필요한 부분으로서, 제1판(11)을 완전히 관통하여 형성될 수 있다. 제1개구(12)는 제1판(11)의 중앙에 제1판(11)의 중심과 동심으로 배치될 수 있다. 제1개구(12)는 예시된 원형 등의 형상을 가질 수 있고, 예를 들어 20 ± 3 mm의 직경을 가질 수 있다.
- [0022] 제2판(13)은 저온 유지장치(70)에 장착하기 위한 것으로, 즉 장착 판으로서의 역할을 할 수 있다. 제2판(13)은 예시된 바와 같이 T자 형태로 제1판(11)의 하단과 수직으로 직교하여 배치될 수 있고, 제1판(11)과 일체로 제작될 수 있다. 제2판(13)은 예시된 아령 형상의 판 등으로 이루어질 수 있고, 그 두께는 예를 들어 3.2 ± 1 mm일 수 있다.
- [0023] 나사 홀(14)은 저온 유지장치(70)의 온도센서(미-도시)를 장착하기 위한 것으로, 온도센서가 나사 홀(14)에 나사 결합하여 고정될 수 있다. 나사 홀(14)은 예시된 바와 같이 제1판(11)의 우측 상부에 형성될 수 있다. 나사 홀(14)과 제1판(11)의 중심을 연결하는 제1선, 및 제1판(11)의 중심과 제1판(11)의 우측 세로 변의 중간 지점을 연결하는 제2선 사이의 각도는 예를 들어 60 ± 10 도일 수 있다. 나사 홀(14) 및 제1판(11)의 우측 세로 변 사이의 최단 간격은 예를 들어 11.55 ± 2 mm일 수 있다. 나사 홀(14) 및 제2선 사이의 최단 간격은 예를 들어 20.7 ± 3 mm일 수 있다.
- [0024] 도 2를 참고하면, 제2본체(20)는 하판(21), 제2개구(22), 제1돌기(23), 제1측판(24), 제1나사산(25), 제1홈(26) 등으로 구성될 수 있다. 도 2의 좌측 도면은 세로(수직) 방향으로 절단한 종단면도이고, 우측 도면은 위에서 바라 본 평면도이다. 제2본체(20)는 제1본체(10)와 마찬가지로 열전도가 우수한 구리(Cu) 등과 같은 금속으로 제작될 수 있다. 제2본체(20)의 상부는 예시된 바와 같이 개방될 수 있다.
- [0025] 하판(21)은 제1본체(10)와의 결합을 위한 것으로, 제1본체 상에서 나사 결합 등에 의해 제1본체(10)와 결합될 수 있다. 하판(21)은 예시된 원형 판 등의 판형으로 이루어질 수 있고, 그 직경은 예를 들어 36 ± 4 mm일 수 있다.
- [0026] 제2개구(22)는 적외선 광원이 윈도우(50, 51)와 샘플(60)을 통과하는데 필요한 부분으로서, 하판(21)을 완전히 관통하여 형성될 수 있다. 제2개구(22)는 하판(21)의 중앙에 하판(21)의 중심과 동심으로 배치될 수 있다. 제2개구(22)는 예시된 원형 등의 형상을 가질 수 있고, 예를 들어 20 ± 3 mm의 직경을 가질 수 있다.
- [0027] 제1돌기(23)는 제1오링(40)을 장착하기 위한 것으로, 제2개구(22)의 둘레를 따라 하판(21)으로부터 위쪽으로 돌출되는 링 형태로 구성된 돌기일 수 있다. 제1돌기(23)는 제2개구(22)가 끝나는 지점인 제2개구(22)의 둘레 부위에 형성되며, 따라서 제1돌기(23)의 내경은 제2개구(22)의 둘레와 동일할 수 있다. 제1돌기(23)는 하판(21)과 일체로 제작될 수 있다. 제1돌기(23)의 폭은 예를 들어 1 ± 0.3 mm, 높이(두께)는 예를 들어 0.2 ± 0.05 mm일 수 있다.
- [0028] 제1측판(24)은 윈도우(50, 51)와 샘플(60)을 수용하기 위한 공간을 제공하기 위한 것으로, 하판(21)의 주연부로부터 위쪽으로 연장되는 원통형 판으로 구성될 수 있다. 제1측판(24)은 하판(21)과 일체로 제작될 수 있다. 제1측판(24)의 외경은 예를 들어 36 ± 4 mm, 내경은 예를 들어 25.5 ± 3 mm일 수 있다. 제1측판(24)의 상단과 하판(21)의 상면 사이의 높이는 예를 들어 6.9 ± 1 mm, 제1측판(24)의 상단과 하판(21)의 하면 사이의 높이는 예를 들어 8.9 ± 1 mm일 수 있다.
- [0029] 제1나사산(25)은 덮개(30)와의 나사 결합을 위한 것으로, 제1측판(24)의 외주면에 전체적으로 또는 부분적으로 형성될 수 있다. 제1나사산(25)은 후술하는 덮개(30)의 제2나사산(35)과 맞물려서 나사 결합할 수 있다.
- [0030] 제1홈(26)은 제2오링(41)을 장착하기 위한 것으로, 제1측판(24)의 상면에 형성되는 링 형태로 구성된 홈일 수 있다. 제1홈(26)의 폭은 제1측판(24)의 상면의 폭보다 작고, 제2오링(41)의 폭과 동일하거나 유사할 수 있다. 제1홈(26)의 외경은 예를 들어 30.5 ± 4 mm, 폭은 예를 들어 2.2 ± 0.5 mm, 높이(두께)는 예를 들어 1.5 ± 0.5 mm일 수 있다.
- [0031] 도 3을 참고하면, 덮개(30)는 상판(31), 제3개구(32), 제2돌기(33), 제2측판(34), 제2나사산(35) 등으로 구성될 수 있다. 도 3의 좌측 도면은 세로(수직) 방향으로 절단한 종단면도이고, 우측 도면은 밑에서 위로 바라 본 평면도이다. 덮개(30)는 제1본체(10) 및 제2본체(20)와 마찬가지로 열전도가 우수한 구리(Cu) 등과 같은 금속으로 제작될 수 있다. 덮개(30)의 하부는 예시된 바와 같이 개방될 수 있다.
- [0032] 상판(31)은 제2본체(20)를 덮어서 시료 홀더(1)를 밀폐시키기 위한 것으로, 제2본체(20)와의 결합 시에 제1측판

(24)의 상면에 밀착될 수 있다. 상판(31)은 예시된 원형 판 등의 판형으로 이루어질 수 있고, 그 직경은 예를 들어 40 ± 5 mm일 수 있다.

[0033] 제3개구(32)는 적외선 광원이 윈도우(50, 51)와 샘플(60)을 통과하는데 필요한 부분으로서, 상판(31)을 완전히 관통하여 형성될 수 있다. 제3개구(32)는 상판(31)의 중앙에 상판(31)의 중심과 동심으로 배치될 수 있다. 제3개구(32)는 예시된 원형 등의 형상을 가질 수 있고, 예를 들어 20 ± 3 mm의 직경을 가질 수 있다. 제1개구(12)와 제2개구(22) 및 제3개구(33)는 동일한 크기를 가지면서 높이방향을 따라 동축(동심)으로 정렬될 수 있다.

[0034] 제2돌기(33)는 제3오링(42)을 장착하기 위한 것으로, 제3개구(32)의 둘레를 따라 상판(31)으로부터 아래쪽으로 돌출되는 링 형태로 구성된 돌기일 수 있다. 제2돌기(33)는 제3개구(32)가 끝나는 지점인 제3개구(32)의 둘레 부위에 형성되며, 따라서 제2돌기(33)의 내경은 제3개구(32)의 둘레와 동일할 수 있다. 제2돌기(33)는 상판(31)과 일체로 제작될 수 있다. 제2돌기(33)의 폭은 예를 들어 1 ± 0.3 mm, 높이(두께)는 예를 들어 0.2 ± 0.05 mm일 수 있다. 제1돌기(23)와 제2돌기(33)도 동일한 크기를 가지면서 높이방향을 따라 동축(동심)으로 정렬될 수 있다.

[0035] 제2측판(34)은 제2본체(20)를 덮어서 시료 홀더(1)를 밀폐시키고, 또한 윈도우(50, 51)와 샘플(60)을 수용하기 위한 공간을 제공하기 위한 것으로, 상판(31)의 주연부로부터 아래쪽으로 연장되는 원통형 판으로 구성될 수 있다. 제2측판(34)은 상판(31)과 일체로 제작될 수 있다. 제2측판(34)의 내경은 제1측판(24)의 외경과 동일할 수 있다. 제2측판(34)의 외경은 예를 들어 40 ± 5 mm, 내경은 예를 들어 36 ± 4 mm일 수 있다. 제2측판(34)의 하단과 상판(31)의 하면 사이의 높이는 예를 들어 9 ± 1 mm, 제2측판(34)의 하단과 상판(31)의 상면 사이의 높이는 예를 들어 12 ± 2 mm일 수 있다.

[0036] 제2나사산(35)은 제2본체(20)와의 나사 결합을 위한 것으로, 제2측판(34)의 내주면에 전체적으로 또는 부분적으로 형성될 수 있다. 제2나사산(35)은 제2본체(20)의 제1나사산(25)과 맞물려서 나사 결합할 수 있다.

[0037] 도 4를 참고하면, 제1오링(40)은 제1개구(12) 및 제2개구(22)를 밀봉하기 위한 것으로, 제1돌기(23)의 외주면으로 끼워질 수 있고, 제1돌기(23)와 제1측면(24)의 내벽 사이에 형성된 홈(제2홈)에 삽입될 수 있다. 제1오링(40)의 내경은 제1돌기(23)의 외경과 동일할 수 있다. 제1오링(40)은 실리콘 오링으로 구성될 수 있다.

[0038] 도 4를 참고하면, 제2오링(41)은 제2본체(20)와 덮개(30) 사이를 밀봉하기 위한 것으로, 제1홈(26)에 끼워질 수 있다. 제2오링(41)의 폭과 두께는 제1홈(26)의 폭과 두께와 동일할 수 있다. 제2오링(41)은 실리콘 오링으로 구성될 수 있다.

[0039] 도 4를 참고하면, 제3오링(42)은 제3개구(32)를 밀봉하기 위한 것으로, 제2돌기(33)의 외주면으로 끼워질 수 있다. 제3오링(42)의 내경은 제2돌기(33)의 외경과 동일할 수 있다. 제3오링(42)은 실리콘 오링으로 구성될 수 있다. 제1오링(40)과 제3오링(42)도 동일한 크기를 가지면서 높이방향을 따라 동축(동심)으로 정렬될 수 있다.

[0040] 진공 그리스(미-도시)는 진공펌프로 인한 액체 시료의 증발을 차단하기 위한 것으로, 제1오링(40)과 제2오링(41) 및 제3오링(42)의 표면에 각각 도포됨으로써, 이들 오링(40, 41, 42)의 밀봉을 극대화할 수 있다. 진공 그리스는 오링(40, 41, 42)을 해당 위치에 끼우기 전에 도포될 수 있다.

[0041] 진공 그리스는 실리콘 오일 및 무기계 증주제를 주성분으로 포함할 수 있고, 백색 반투명 고점도 컴파운드일 수 있다. 이러한 진공 그리스의 사용 온도범위는 $-50^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$, 비중(25°C)은 1.03 ± 0.1 , 증기압은 $10^{-7} \sim 10^{-5}$ Torr, 불온화주도는 $175 \sim 210$ mm/10, 주도는 260 ± 30 mm/10, 이유도(200°C , 24시간)은 0.1~0.5%, 증발량(200°C , 24시간)은 0.1~2%, 조도(25°C /JIS, 미혼화)는 191 ± 20 , 조도(25°C /JIS, 혼화)는 209 ± 20 일 수 있다.

[0042] 진공 그리스로는 예를 들어 미국 다우 코닝 및 일본 시에츠 제품을 사용할 수 있다. 이들 제품은 정제된 실리콘 오일을 기유로 실리카 미분말을 배합한 오일 컴파운드로서, 넓은 온도 범위에 사용되고, 고온 및 저온 안정성($-50 \sim 200^{\circ}\text{C}$), 윤활 및 실링 특성(고진공: 10^{-6} Torr), 내수성, 내열성, 내한성, 내화학적, 비흐름성, 저증발성, 발수성, 절연성, 내산화성 및 화학적 안정성 등이 뛰어나며, 고도의 정제기술을 기반으로 휘발성을 제거하여 10^{-6} Torr의 고진공을 얻을 수 있다. 금속의 마찰 부위 및 가스켓 등과의 친화력이 우수하며, 고-진공 장치의 밀봉에 폭넓게 사용될 수 있다.

[0043] 진공 그리스의 도포 양은 시료 홀더의 전체 높이가 특정 값(예를 들어, 17.1 mm 미만)이 되도록 조절될 수 있고, 전체 높이가 특정 값을 초과할 경우 진공 그리스의 도포 양을 줄일 수 있다.

- [0044] 제1윈도우(50) 및 제2윈도우(51)는 이들 사이의 내부 공간에 샘플(60)을 수용하면서 적외선을 통과시키기 위한 것으로, 제2본체(20)와 덮개(30)가 결합하였을 때 형성되는 내부 공간에 각각 배치될 수 있고, 구체적으로 제1윈도우(50)는 제1돌기(23)의 상면에 밀착되고, 제2윈도우(51)는 제2돌기(33)의 하면에 밀착될 수 있다. 제1윈도우(50) 및 제2윈도우(51)는 적외선 분광학용 윈도우로서, CaF_2 , NaCl , Al_2O_3 , ZnS , ZnSe , KBr 등으로 제작될 수 있고, 특히 CaF_2 및 NaCl 가 바람직하다.
- [0045] 샘플(60)은 제1윈도우(50)와 제2윈도우(51) 사이의 공간에 수용되는 액체 시료일 수 있다. 기존의 경우 진공펌프 등으로 인해 고체 시료만이 가능하였으나, 본 발명에 따른 시료 홀더(1)를 사용함으로써 액체 시료를 사용 가능하다. 액체 시료는 한쪽 윈도우(50)에 한 방울씩 떨어뜨린 후, 이를 다른 한쪽 윈도우(51)로 덮을 수 있다.
- [0046] 파라 필름(미-도시)은 윈도우(50, 51) 및 샘플(60)을 밀봉하기 위한 것으로, 제1윈도우(50)와 제2윈도우(51) 및 이들 사이의 공간(샘플 공간)을 감싸서 밀봉시킬 수 있다. 구체적으로, 윈도우(50, 51)의 측면 둘레 및 샘플 공간 측면 둘레를 여러 번에 걸쳐 감싸서 밀봉시킬 수 있다.
- [0047] 파라 필름은 각종 분자량의 파라핀 혼합물로 구성된 유연한 필름 상의 물질로서, 현저한 신장성과 약간의 점착성을 가져서, 윈도우(50, 51) 및 샘플(60)을 간편하게 밀봉할 수 있다. 실제로 사용하는 경우에는 파라 필름의 길이를 1.5~2배로 잡아 끌면서 밀봉 대상인 윈도우(50, 51)의 측면 둘레 및 샘플공간의 측면 둘레에 강하게 밀착시키면서 밀봉할 수 있다.
- [0048] 또한, 제1윈도우(50)와 제2윈도우(51) 사이에는 필요에 따라 선택적으로 간격띄우개(spacer)를 설치할 수 있다. 간격띄우개의 두께는 예를 들어 1 내지 990 μm 의 범위에서 선택될 수 있다.
- [0049] 요컨대, 본 발명에 따른 저온 유지장치용 액체 시료 홀더는 사각형 제1본체(10), 원통형 제2본체(20), 덮개(30), 실리콘 오링(40, 41, 42)(외경 25 mm 및 28 mm, 두께 1 mm), 진공 그리스로 구성되고, 사각형 제1본체(10), 원통형 제2본체(20), 덮개(30)는 열전도를 위해 구리로 제작하며, 사각형 제1본체(10)에는 저온 유지장치의 온도센서를 고정시키기 위한 볼트 구멍을 만들고, 사각형 제1본체(10) 및 원통형 제2본체(20)는 볼트로 결합하며, 진공 그리스를 실리콘 오링 3개(40, 41, 42)에 바르고 원통형 제2본체(20)에 2개, 덮개(30)에 1개 위치시키며, 액체 시료를 적외선 분광학용 윈도우 2개(50, 51) 사이에 위치시키고 파라 필름으로 두 윈도우(50, 51) 옆면을 감싸며, 이를 원통형 제2본체(20)의 중앙 실리콘 오링(40) 위에 위치시키고 덮개(30)를 원통형 제2본체(20)에 장착한다.
- [0050] 이상과 같이, 본 발명은 저온 유지장치용 액체 시료 홀더가 증발을 막기 위하여 액체 시료를 실링하는 방식; 및 시료 홀더의 디자인과 관련하여 오링과 적외선 분광학 윈도우 및 진공 그리스를 활용하는 방식을 제공한다.
- [0051] 또한, 본 발명은 저온 유지장치(70); 및 저온 유지장치(70)에 장착되는 상술한 시료 홀더(1)를 포함하는 적외선 분광기기를 제공한다. 시료 홀더(1)는 볼트 등을 이용하여 저온 유지장치(70)에 장착될 수 있다.
- [0052] 도 6을 참고하면, 저온 유지장치(70)는 시료 홀더, 온도 컨트롤러, 진공펌프 등으로 구성될 수 있고, 본체 부위는 하우징(71), 냉각관(72), 히터(73), 진공펌프 연결관(74) 등으로 구성될 수 있다.
- [0053] 하우징(71)은 각 구성요소를 수용하거나 장착하기 위한 것으로, 시료 홀더(1)는 하우징(71)의 하단에 장착될 수 있다.
- [0054] 냉각관(72)은 시료 홀더(1) 및 샘플(액체 시료)를 냉각시키기 위한 것으로, 이를 위해 도 7과 같이 액체 질소 용기와 연결되어 냉각용 액체 질소가 내부에 흐를 수 있다. 냉각관(72)은 수직으로 배치될 수 있고, 하우징(71)의 내부 중앙에 하우징(71)과 동축(동심)으로 배치될 수 있으며, 하우징(71)의 하단 및 시료 홀더(1)까지 연장될 수 있다. 액체 질소는 냉각관(72)의 위쪽으로부터 유입되어 아래쪽으로 흐를 수 있고, 열전도를 통해 시료 홀더(1) 및 샘플(액체 시료)를 냉각시킬 수 있다. 냉각관(72)은 80K까지 냉각시킬 수 있다.
- [0055] 히터(73)는 시료 홀더(1) 및 샘플(액체 시료)를 가열시키기 위한 것으로, 이를 위해 하우징(71)의 내면 및/또는 외면 및/또는 내부에 설치될 수 있다. 히터(73)는 열선 형태로 설치될 수 있고, 열전도를 통해 시료 홀더(1) 및 샘플(액체 시료)를 가열시킬 수 있다. 히터(73)는 50℃까지 가열시킬 수 있다.
- [0056] 진공펌프 연결관(74)은 진공을 통해 저온 유지장치(70)의 내부를 단열시키기 위한 것으로, 이를 위해 도 7과 같이 진공펌프와 연결되어 하우징(71)과 냉각관(72)의 사이에 형성된 내부 공간에 진공을 형성함으로써 단열 기능을 제공할 수 있다. 진공펌프 연결관(74)은 하우징(71)의 일측에 형성되어 하우징(71)과 냉각관(72)의 사이에 형성된 내부 공간과 연결될 수 있다.

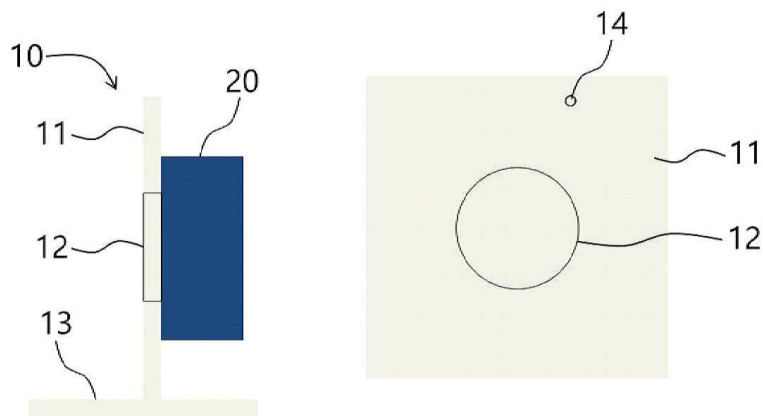
- [0057] 작업 순서의 경우, 먼저 진공펌프 연결관(74)에 연결된 진공펌프를 가동하여 하우징(71)과 냉각관(72)의 사이에 형성된 내부 공간에 진공을 형성한 후, 단열을 유지한 상태에서 냉각 및/또는 가열을 수행할 수 있다. 시료의 온도는 냉각관(72)에 흐르는 액체 질소의 유속과 유량 및 냉각시간 그리고 히터(73)의 온도 등을 별도의 컨트롤러를 통해 제어함으로써 적절하게 조절될 수 있다.
- [0058] 저온 유지장치(70)는 하우징(71)의 영역에서 냉각과 가열이 공존하므로 단열이 필요한데, 단열을 위해 진공펌프를 가동하면, 종래에는 진공을 잡는 과정에서 액체 시료의 경우 개방(노출)된 홀더 구조로 인해 증발하게 되어 관측이 불가능하였고, 또한 진공을 잡지 않을 경우 물의 응결 현상 때문에 시료에 물방울이 맺혀 관측이 불가능하였다. 현재까지 액체용 시료 홀더는 일단 없다. 기존 홀더의 경우, 측면이 노출되어 있어 기본적으로 밀봉(sealing) 효과가 없고, 또한 잘 깨지는 문제가 있다.
- [0059] 본 발명에 따른 적외선 분광학용 저온 유지장치의 액체 시료 홀더는 실리콘 오링과 진공 그리스 및 적외선 분광학용 윈도우를 활용하여 액체 시료를 감싸 증발을 막을 수 있고, 이로 인해 저온 액체 시료의 적외선 분광학 분석이 가능하다.
- [0060] 또한, 상술한 시료 홀더 및 저온 유지장치 이외에, 적외선 분광기기는 적외선 광원 및 검출기 등을 구비할 수 있다. 적외선 분광기기로는 푸리에 변환 적외선 분광기기(FTIR)가 바람직하고, 특히 투과 타입 FTIR가 바람직하다.
- [0061] 또한, 본 발명은 상술한 적외선 분광기기를 이용한 분석방법을 제공한다. 본 발명에 따른 방법에서는 저온 상태에서 액체 시료의 변화를 관측할 수 있다. 온도 범위는 특별히 한정되지 않고 분석 대상에 따라 달라질 수 있으며, 예를 들어 -193℃ 내지 50℃, -100℃ 내지 40℃, -50℃ 내지 30℃, 또는 -30℃ 내지 25℃일 수 있다. 구체적으로, 물을 시료 홀더에 안착하여 저온 상태에서의 변화를 관측할 수 있고, 또한 리튬 이온 전지의 전해질을 시료 홀더에 안착하여 저온 상태에서의 변화를 관측할 수 있다. 구체적으로, 냉동인간에서 저온 단백질 구조 변화, 이화학 분석, 물 구조 변화를 관측할 수 있다. 또한, 리튬 이온 배터리에서 전해액 용매 구조 변화를 분석할 수 있다.
- [0062] 특히, 본 발명은 리튬 이온 배터리(LIB) 전해액의 적외선 분광학 저온 실험 장비로서 유용하게 사용될 수 있다. 구체적으로, IR 분광법을 이용하여 저온에서 LIB 용매화 구조의 변화를 관측함으로써, 음이온 및 용매 분자의 배위를 규명할 수 있다. 예를 들어, 저온에서 저온 유지장치를 이용하여 LIB 전해질 용액의 FTIR 스펙트럼을 측정하고, 카르보닐 신축 밴드의 변화를 관측함으로써, 리튬 이온의 배위 수를 직접 얻을 수 있으며, PF₆의 P-F 비대칭 신축 밴드를 분석함으로써, 접촉 이온 쌍(CIP)의 농도를 발견할 수 있다.

부호의 설명

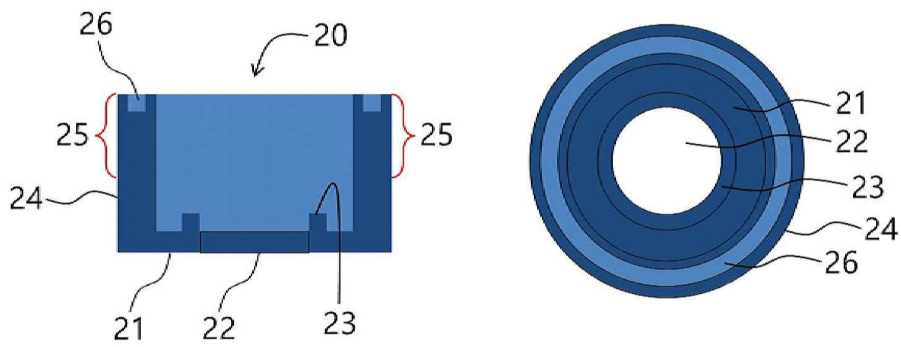
- [0063] 1: 시료 홀더, 10: 제1본체, 11: 제1판, 12: 제1개구, 13: 제2판, 14: 나사 홀, 20: 제2본체, 21: 하판, 22: 제2개구, 23: 제1돌기, 24: 제1측판, 25: 제1나사산, 26: 제1홈, 30: 덮개, 31: 상판, 32: 제3개구, 33: 제2돌기, 34: 제2측판, 35: 제2나사산, 40: 제1오링, 41: 제2오링, 42: 제3오링, 50, 제1윈도우, 51: 제2윈도우, 60: 샘플, 70: 저온 유지장치, 71: 하우징, 72: 냉각관, 73: 히터, 74: 진공펌프 연결관

도면

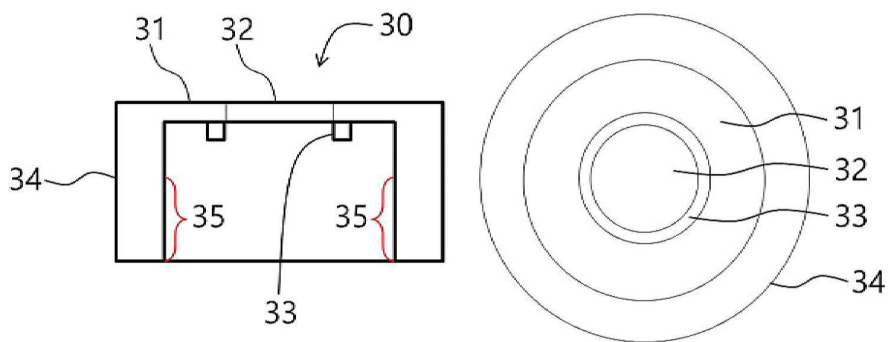
도면1



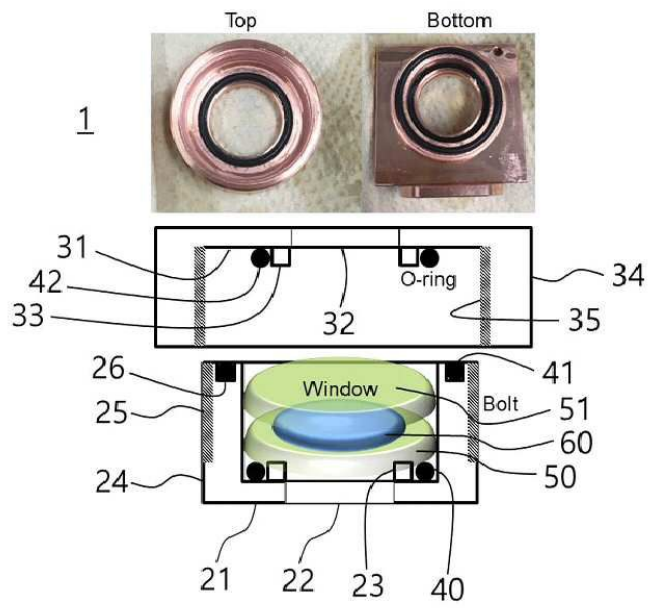
도면2



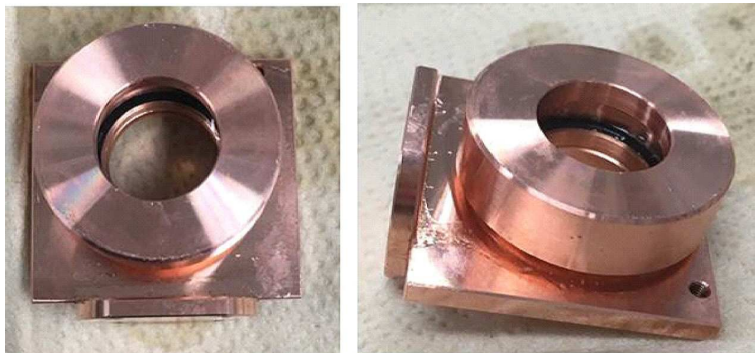
도면3



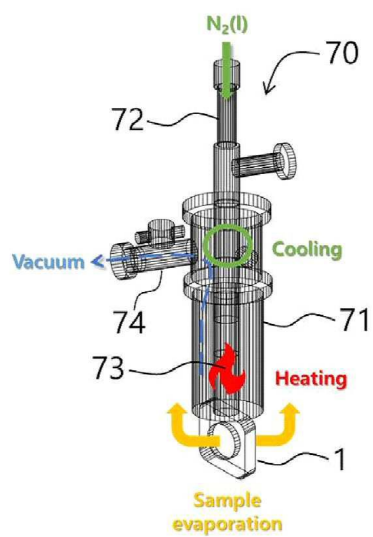
도면4



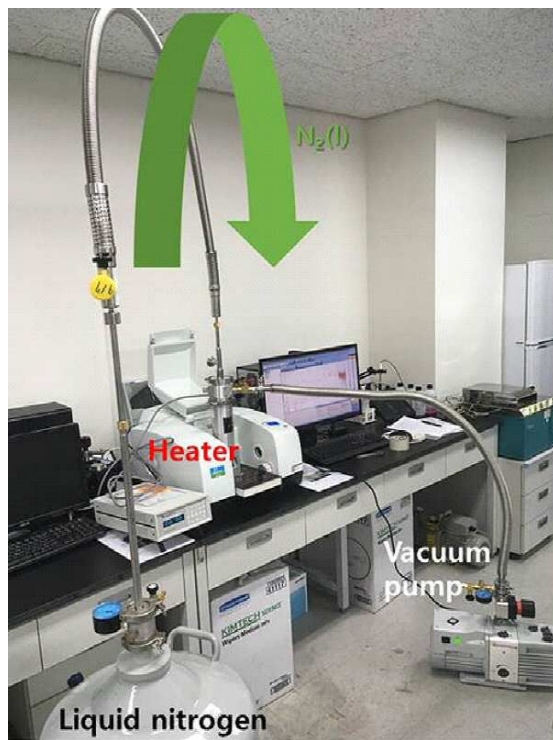
도면5



도면6



도면7



도면8

