



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년12월24일
(11) 등록번호 10-1214985
(24) 등록일자 2012년12월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01J 37/20 (2006.01) G02B 21/26 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-0121425
(22) 출원일자 2011년11월21일
심사청구일자 2011년11월21일
(56) 선행기술조사문헌
JP2000208082 A
JP2007093599 A
JP2008016249 A

(73) 특허권자
한국기초과학지원연구원
대전광역시 유성구 과학로 169-148 (어은동)
(72) 발명자
정종만
대전광역시 유성구 궁동 393-3번지 복음자연아파트 1211호
이종문
대전광역시 대덕구 비래동 121-14번지
(뒀면에 계속)
(74) 대리인
김원준

전체 청구항 수 : 총 5 항

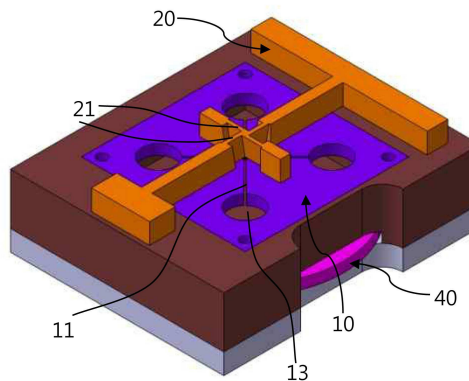
심사관 : 양기성

(54) 발명의 명칭 TEM 관찰용 그리드 시료 로딩보조기구

(57) 요약

본 발명은 분말시료를 TEM으로 관찰시 하나의 그리드에 복수개의 시료를 로딩시킴으로써 1회의 TEM 장비 세팅으로 복수개의 시료를 관찰할 수 있도록 하는 것으로서, 중심(a)에 대하여 균일하게 방사상으로 n개의 수직미세관통홀(11)(이때 $n \geq 2$)이 형성되어 있는 지지부(10); 중심(b)에 대하여 균일하게 방사상으로 n개 형성된 수직차단판(21)을 가진 구획분리부(20); 및 상부에서 볼 때 상기 수직미세관통홀(11)과 수직차단판(21)이 사이사이에 위치하면서, 상기 지지부(10) 상부에서 상기 구획분리부(20)가 중심(a와 b)이 일치되는 하나의 수직축에 대하여 상하이동할 수 있도록 하는 상하이동수단(30);을 포함하여 구성되는 그리드 시료 로딩보조기구에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

김윤중

대전광역시 유성구 어은동 한빛아파트 115-106

이은지

대전광역시 유성구 덕명동 하우스토리 아파트 102
동 2004호

이석훈

대전광역시 유성구 신성동 160-1 한울아파트
111-704호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 T31211

부처명 교육과학기술부

연구사업명 초고전압 전자현미경 운영

연구과제명 초고전압 전자현미경 운영-장비운영

주관기관 한국기초과학지원연구원

연구기간 2011.01.01 ~ 2011.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

중심(a)에 대하여 균일하게 방사상으로 n개의 수직미세관통홀(11)(이때 $n \geq 2$)이 형성되어 있는 지지부(10);

중심(b)에 대하여 균일하게 방사상으로 n개 형성된 수직차단판(21)을 가진 구획분리부(20);

상부에서 볼 때 상기 수직미세관통홀(11)과 수직차단판(21)이 사이사이에 위치하면서, 상기 지지부(10) 상부에서 상기 구획분리부(20)가 중심(a와 b)가 일치되는 하나의 수직축에 대하여 상하이동할 수 있도록 하는 상하이동수단(30);을 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 그리드 시료 로딩보조기구.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 수직미세관통홀(11)의 홈폭은 0.5~1mm인 것을 특징으로 하는 그리드 시료 로딩보조기구.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 수직미세관통홀(11)의 말단에는 수용관통구(13)가 형성되어 있는 것을 특징으로 하는 그리드 시료 로딩보조기구.

청구항 4

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

$2 \leq n \leq 6$ 인 것을 특징으로 하는 그리드 시료 로딩보조기구.

청구항 5

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 지지부(10), 구획분리부(20) 및 상하이동수단(30)을 일체로 회전시키는 회전수단(40)을 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 그리드 시료 로딩보조기구.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 분말시료를 TEM으로 관찰시 하나의 그리드에 복수개의 시료를 로딩시킴으로써 1회의 TEM 장비 세팅으로 복수개의 시료를 관찰할 수 있도록 하는 그리드 시료 로딩보조기구에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 종래에 세라믹 광물 등의 분말을 TEM으로 관찰하기 위해서는 다음과 같은 시료 준비과정 및 시료 관찰과정으로 거치게 된다.

- [0003] ① 시료 준비과정(시료를 그리드에 로딩하는 과정)
- [0004] 먼저 시료를 수백~수천Å로 미세분말화하여 분산매(예를 들면 알콜)에 잘 분산시킨 뒤 정치시키거나 원심분리하여 큰 분말입자를 침전시킨다. 이어서 소정의 트위저로 그리드(grid)를 잡고 분산매의 상층에 담갔다가 꺼내는 방식으로 그리드에 시료를 로딩한다. 분산매를 자연건조시키거나 필터페이퍼로 제거하여 건조시킨다.
- [0005] ② 시료 관찰과정(시료가 로딩된 그리드를 TEM에 장착하고 관찰하는 과정)
- [0006] 그렇게 준비된 시료 그리드(시료가 로딩된 그리드)를 통상의 방법에 따라 TEM 홀더에 장착하고 홀더를 에어락을 통해 TEM의 컬럼(경통: column)에 넣고 컬럼을 진공화한 다음 홀더를 시료스테이지(specimen stage)로 이동시켜 관찰하게 된다.
- [0007] 그런데 ② 시료 관찰과정에서는 1회에 1개의 시료 그리드만 장착-관찰할 수 있으며, 홀더를 컬럼에 넣고 관찰을 완료한 후 다음 시료 그리드 장착을 준비하는 사이클에 많은 시간이 소요되고 있어 다수의 시료를 모두 관찰하기 위해서는 적지 않은 총 실험시간이 소요된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명은 1개의 그리드에 복수개의 시료를 로딩할 수 있도록 함으로써 시료 그리드 1회 장착으로 단시간에 복수개의 시료를 TEM 관찰할 수 있게 하는 그리드 시료 로딩기구를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0009] 전술한 목적을 달성하기 위한 본 발명은, 중심(a)에 대하여 균일하게 방사상으로 n개의 수직미세관통홀(이때 $n \geq 2$)이 형성되어 있는 지지부; 중심(b)에 대하여 균일하게 방사상으로 n개 형성된 수직차단판을 가진 구획분리부; 및 상부에서 볼 때 상기 수직미세관통홀과 수직차단판이 사이사이에 위치하면서, 상기 지지부 상부에서 상기 구획분리부가 중심(a와 b)이 일치되는 하나의 수직축에 대하여 상하이동할 수 있도록 하는 상하이동수단;을 포함하여 구성되는 그리드 시료 로딩보조기구에 관한 것이다.

발명의 효과

- [0010] 이상과 같이 본 발명에 의하면 n개의 시료가 로딩된 하나의 그리드를 TEM에 장착하여 관찰할 수 있게 되므로 종래 각 시료마다 그리드를 장착-탈착 하는 시간을 1/n으로 단축할 수 있게 된다.
- [0011] 따라서 본 발명에 의하면 TEM을 이용한 연구개발에 소요되는 시간을 대폭 절약할 수 있게 되는 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0012] 도 1은 본 발명에 의한 로딩보조기구에서 $n=4$ 인 일 예를 보여주는 개념적 사시도.
- 도 2는 도 1에서 구획분리부의 도시가 생략된 상태를 보여주는 사시도.
- 도 3은 도 1에 의한 로딩보조기구에 그리드가 장착된 상태를 위쪽에서 바라본 개념도(이해의 편의를 위해 구획분리부의 도시가 생략됨).
- 도 4는 도 1에 의한 로딩보조기구에 그리드가 장착된 상태를 아래쪽에서 바라본 개념도(이해의 편의를 위해 지지부의 도시가 생략됨).
- 도 5는 본 발명에 의한 로딩보조기구에서 구획분리부와 상하이동수단의 관계를 보여주는 예와, 구획분리부의 운동과정을 보여주는 개념도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0013] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 그러나 첨부된 도면은 본 발명의 기술적 사상의 내용과 범위를 쉽게 설명하기 위한 예시일 뿐, 이에 의해 본 발명의 기술적 범위가 한정되거나 변경되는 것은 아니다. 또한 이러한 예시에 기초하여 본 발명의 기술적 사상의 범위 안에서 다양한 변형과 변경이 가능함은 당업자에게는 당연할 것이다.
- [0014] 진술한 바와 같이, 본 발명은 지지부와 구획분리부(20)와 상하이동수단(30)을 포함하는 그리드 시료 로딩보조기구에 관한 것이다. **지지부(10)**에는 중심(a)에 대하여 균일하게 방사상으로 복수개(n개)의 수직미세관통홈(11)이 형성되어 있으며, **구획분리부(20)**에는 중심(b)에 대하여 균일하게 방사상으로 n개의 수직차단판(21)이 형성되어 있다. **상하이동수단(30)**은 위에서 볼 때 상기 수직미세관통홈(11)과 수직차단판(21)이 사이사이에 위치하면서, 상기 지지부(10) 상부에서 상기 구획분리부(20)가 중심(a와 b)이 일치되는 하나의 수직축에 대하여 상하이동하는 구성요소이다.
- [0015] 도 1에 본 발명에 의한 로딩보조기구에서 n=4인 일 예를 보여주는 개념적 사시도와, 도 2에 구획분리부의 도시가 생략된 상태를 보여주는 사시도를 각각 도시하였다. 도 3에 그리드가 장착된 상태를 위쪽에서 바라본 개념도(이해의 편의를 위해 구획분리부의 도시가 생략됨)와, 도 4에 그리드가 장착된 상태를 아래쪽에서 바라본 개념도(이해의 편의를 위해 지지부의 도시가 생략됨)를 도시하였다..
- [0016] 본 발명에서 상기 지지부(10)의 중심(a)에는 그리드의 유효직경보다 작은 단면의 중앙수직관통구(12)가 형성될 수도 있으며, 상기 수직미세관통홈(11)의 말단에는 마치 팬촉에서처럼, 모세관현상에 의해 흡수될 액체가 수용될 수 있는 수용관통구(13)가 추가로 형성될 수 있다. 상기 수직미세관통홈(11), 중앙수직관통구(12), 수용관통구(13)는 추후 설명하겠지만, 각 분할면에 시료가 분산된 분산매가 로딩되고 남을 때 인접한 분할면으로 흘러가기 전에 모세관현상을 이용하여 남는 분산매를 신속하게 제거하기 위한 것이다.
- [0017] 따라서 상기 수직미세관통홈(11)의 홈폭은 모세관현상에 의해 액체가 빠르게 회수될 수 있도록 0.5~1mm인 것이 좋다.
- [0018] 한편, 그리드는 통상 지름 3.0mm 가량이며 두께가 50 μ m 정도이다. 이렇게 작은 규격의 그리드를 다루는 것이므로 n이 6 초과인 경우 분할면이 너무 작고 작업공간이 적어져서 오히려 시료 로딩하기가 어려워진다. 또한 n이 1인 경우는 종래 그리드에 시료를 로딩하는 것과 같으므로 본 발명에서 $2 \leq n \leq 6$ 인 것이 바람직하다.
- [0019] 본 발명에서 상기 상하이동수단(30)은 상기 지지부(10)와 구획분리부(20)의 일측과 회전결합되는 구조일 수도 있고, 상기 지지부(10)와는 고정결합되고 상기 구획분리부(20)와는 상하이동가능하도록 결합되는 하나 또는 복수개의 수직축으로 구성될 수도 있다. 도 5에 구획분리부(20)의 일측과 회전결합하는 구조의 상하이동수단(30)이 적용된 예와, 이 예에서 구획분리부(20)가 회전하면서 지지부(10)와 분리되는 과정(역으로 보면 구획분리부(20)가 회전하면서 지지부(10)에 밀착되는 과정)을 도시하였다.
- [0020] 상하이동수단(30)의 또 다른 구체적 구현모습이 가능하겠으나, 이는 본 발명의 핵심적 사항이 아니므로 그에 대한 상세한 추가예시를 생략한다.
- [0021] 후술하겠지만, 본 발명에 의한 로딩보조기구 이용시 각 분할면마다 시료를 로딩하게 된다. 이때 로딩이 작업자에게 편리한 위치에서 이루어질 수 있도록 상기 지지부(10), 구획분리부(20) 및 상하이동수단(30)을 일체로 회전시키는 회전수단(40)을 추가로 포함할 수도 있다.
- [0022] 한편, 본 발명에 의한 로딩보조기구에 그리드를 장착할 때 분할면이 상호 밀폐(즉, [수직차단판(21)의 하면-그리드의 상면, 그리드의 하면-지지부(10)의 상면]이 가능하면 타이트하게 밀폐)되는 것이 바람직하다. 따라서 상기 지지부(10) 또는 구획분리부(20)는 탄성재질이거나, 상기 상하이동수단(30)에는 상기 구획분리부(20)를 상기 지지부(10) 방향(하방향)으로 탄성적으로 압착하도록 하는 탄성체를 포함하는 것이 좋다.

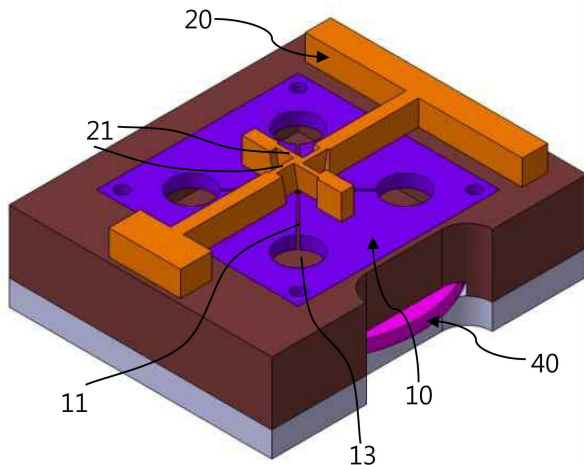
[0023] 본 발명에 의한 상기 로딩보조기구는 다음과 같이 작동된다. : 상기 지지부(10)의 중심(a)에 TEM용 그리드를 안착시킨 후 상기 상하이동수단(30)을 이용하여 상기 구획분리부(20)를 하강시켜 수직차단판(21)의 하부면이 그리드의 상부면에 압착되도록 한다. 이렇게 되면 상기 그리드는 상기 수직차단판(21)에 의해 n개의 분할면으로 차단(절단의 의미가 아님)되고, 각 분할면의 하면에는 하나씩의 수직미세관통홀(11)이 위치하게 된다. 이 상태에서 스포이드나 마이크로피펫 등을 이용하여 하나의 분할면에 한 종류의 시료 분산액을 적량 로딩한다. 로딩된 분산액은 그리드 분할면의 메쉬에 코팅되고 남은 분산액은 그리드 하부에 위치한 수직미세관통홀(11)을 통해 모세관현상에 의해 빠르게 제거되어 인접한 분할면으로 흘러들어가지 않는다. 이러한 방식으로 하나의 그리드에 n개의 시료를 로딩하게 되는 것이다. 그리드에는 방향확인을 위한 소정의 표시가 있기 때문에 시료가 혼동될 염려는 없다. 시료가 로딩된 그리드는 장착된 상태에서 건조시키거나 꺼내서 통상의 방법으로 건조시켜 TEM 관찰하게 된다.

부호의 설명

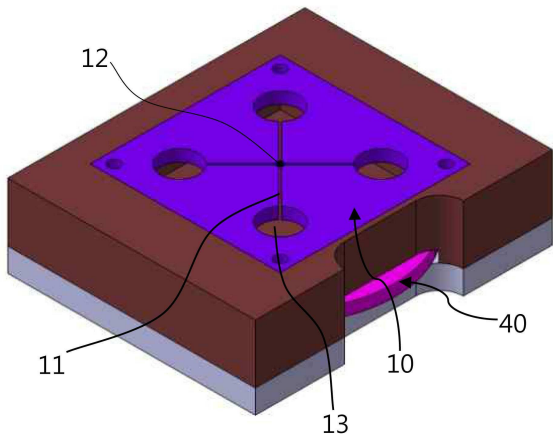
- | | | |
|--------|-------------|-------------|
| [0024] | 10. 지지부 | 11. 수직미세관통홀 |
| | 12. 중앙수직관통구 | 13. 수용관통구 |
| | 20. 구획분리부 | 21. 수직차단판 |
| | 30. 상하이동수단 | |
| | 40. 회전수단 | |
| | G. 그리드 | |

도면

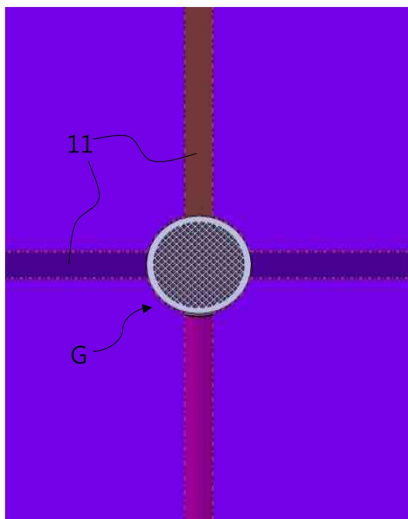
도면1



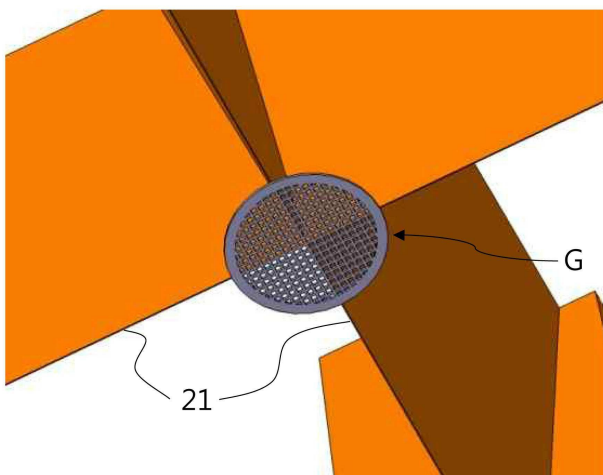
도면2



도면3



도면4



도면5

