May. 26, 2007
Copyright© YEONJIN Corp.

열분석 이란 ? (What is Thermal Analysis)

㈜연진코퍼레이션 김진표

서울시 영등포구 당산동 4가 32-141, 142번지 연진빌딩 3층
http://www.yeonjin.com

Part II : 열분석 측정 사례

그림 1.3은 TGA를 이용한 고무의 정량분석 예이다.

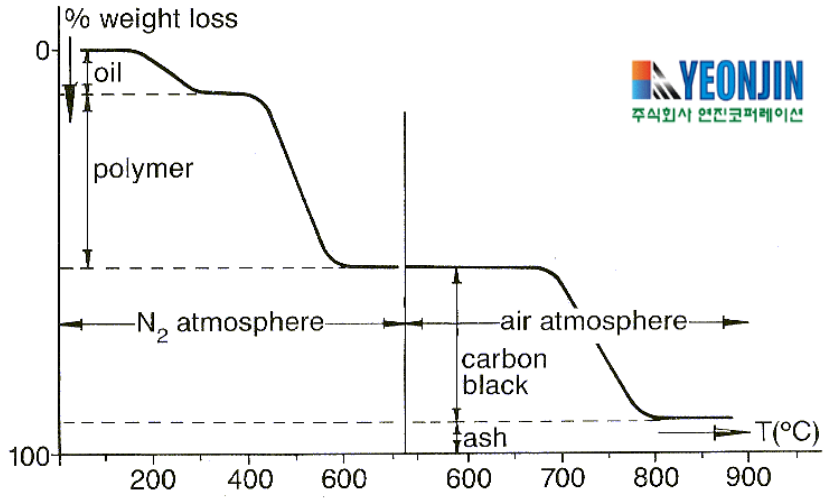


그림 1.3. TGA를 이용한 고무의 정량분석

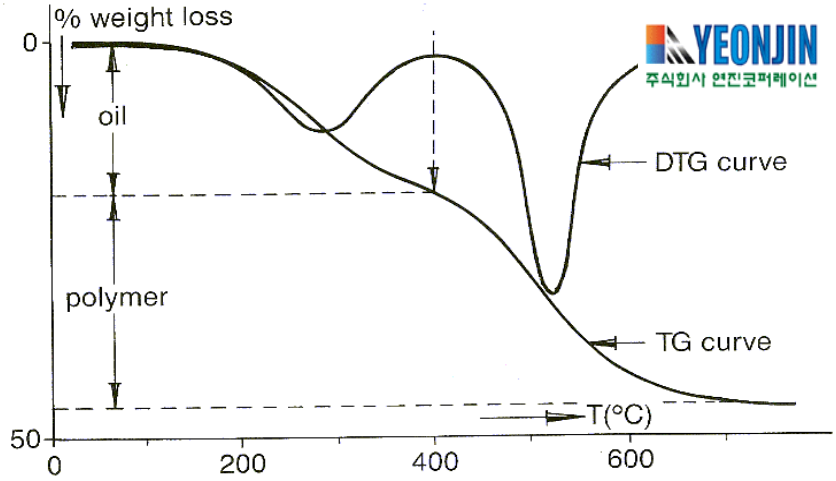


그림 1.4. 고무의 카본블랙 함량 측정 시 TGA는 빠르고 간편하지만, 질량손실 step이 완전히 분리되지 않은 경우 DTG(TG curve의 미분-Derivative TG)를 이용하면 TG step의 분리점 설정이 용이하다.

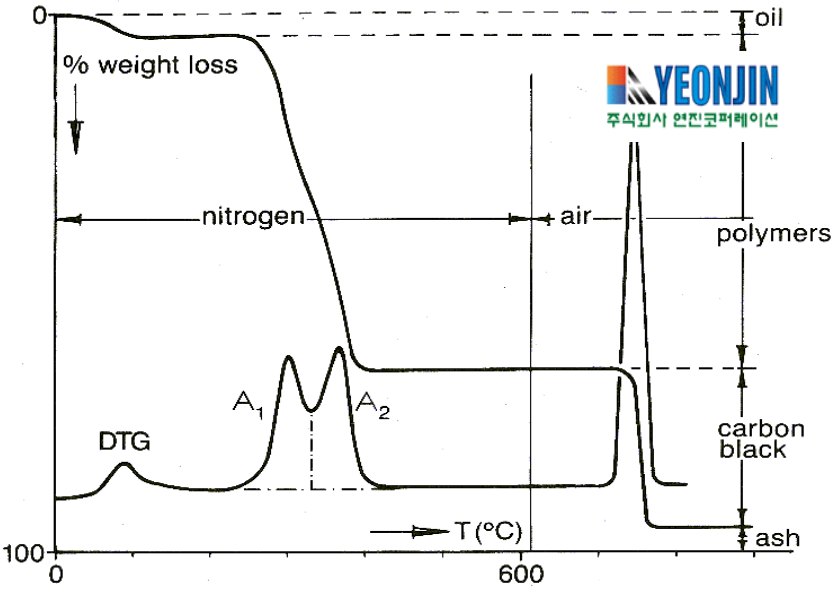


그림 1.5. TGA에 의한 고무블렌드의 조성분석

고무에 NR(natural rubber)와 SBR(styrene butadiene rubber)의 고분자 블렌드가 함유된 경우, TGA는 각각의 질량을 분석하는데 효과적이다. 위의 TGA 측정 그림의 DTG(Derivative TG) peak area A1과 A2는 고무의 NR과 SBR 함량을 측정한 것이다.

Copyright© ㈜연진코퍼레이션 http://www.yeonjin.com

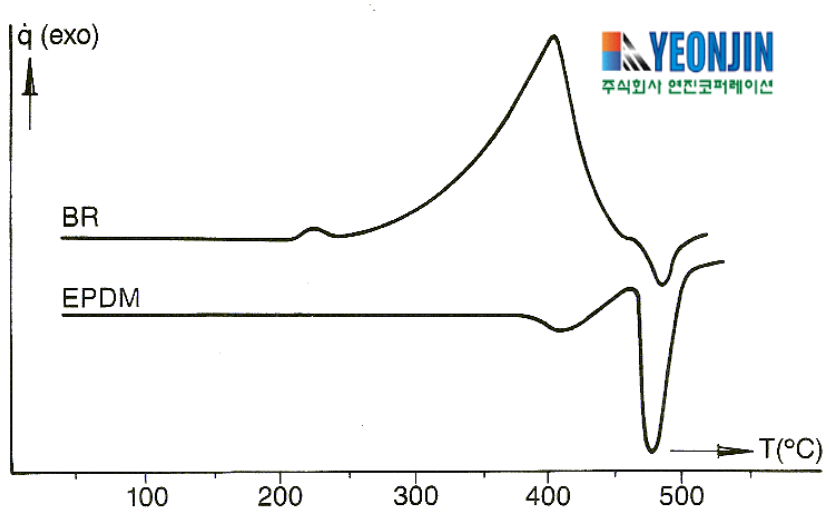


그림 1.6. DSC에 의한 고무의 특성분석

고무의 조성분석에 유용한 TGA(Thermogravimetric analysis)외에도 DSC (Differential Scanning Calorimetry) 역시 고무의 특성을 분석하는데 매우 잘 쓰이는 기술이다. 위의 그림은 BR(butadiene rubber)과 EPDM(ethylene propylene diene rubber)의 DSC 측정 커브이다.

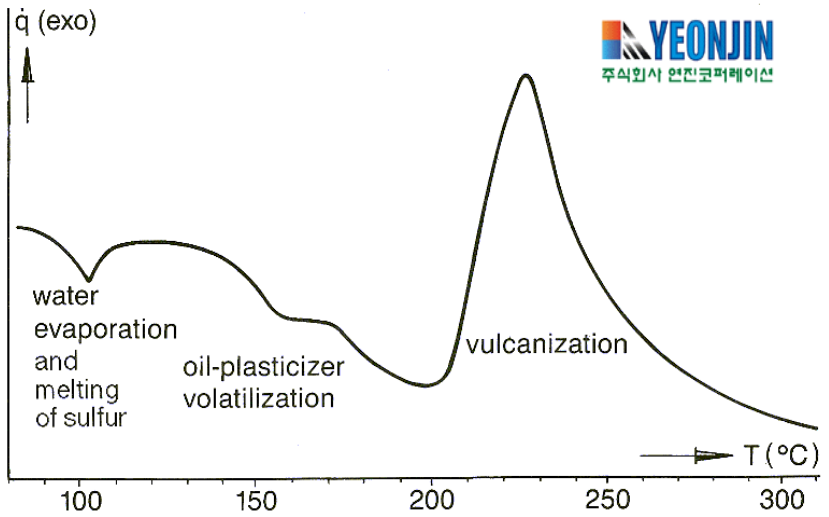


그림 1.7. DSC에 의한 고무의 vulcanization과 curing에 관한 특성 분석.

Copyright© ㈜연진코퍼레이션 http://www.yeonjin.com

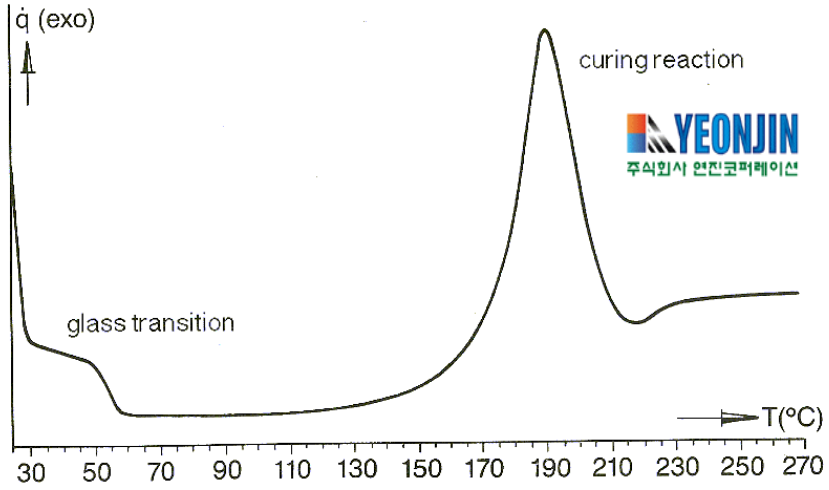


그림 1.8. Thermoset의 rubber vulcanization과 curing의 측정. 가교 반응 후 DSC로 경화도(degree of cure)와 특성 변화 측정.

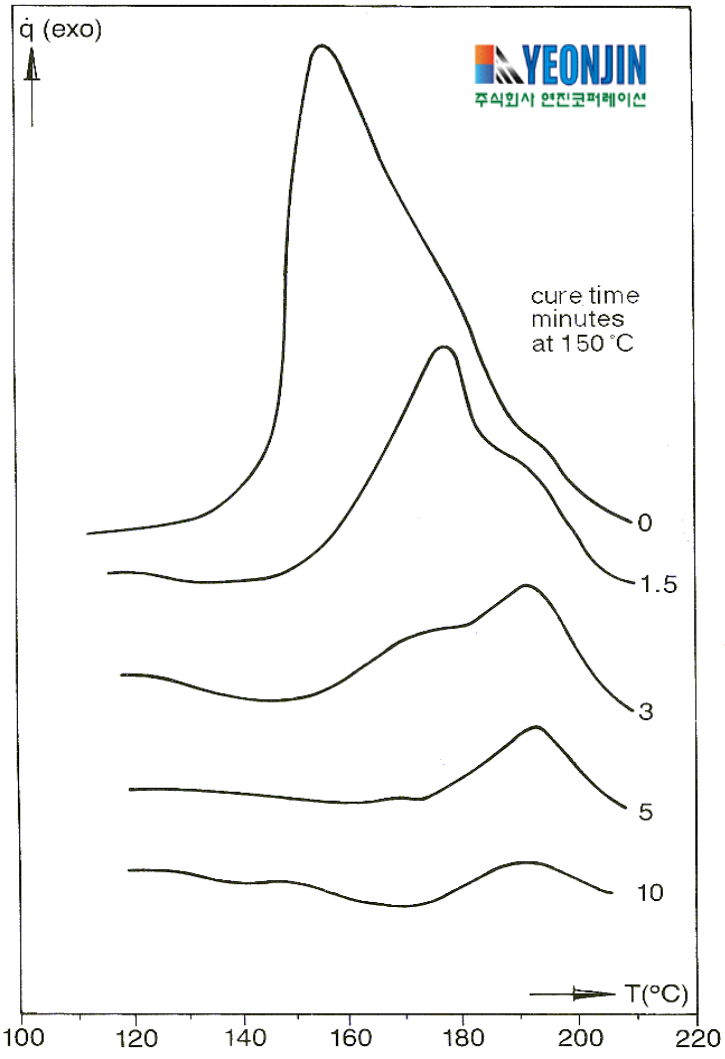


그림 1.9. 150℃에서 경화시간의 함수로써 post curing 측정

Copyright© ㈜연진코퍼레이션 http://www.yeonjin.com

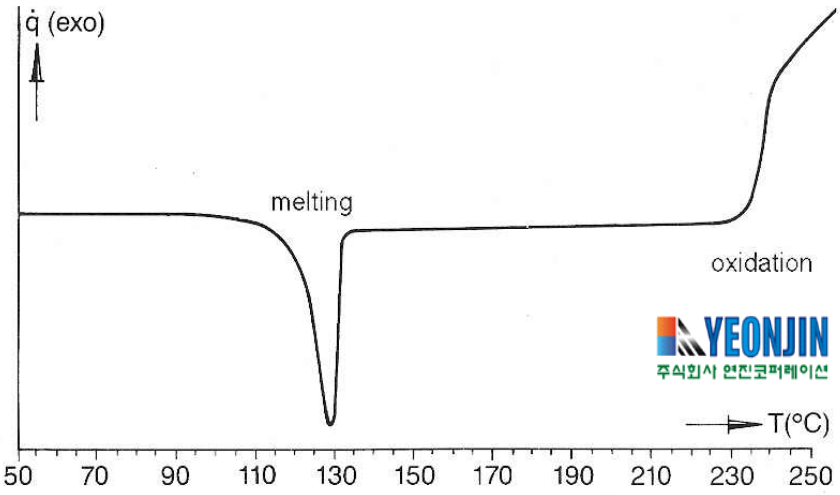


그림 1.10. 승온(dynamic heating) 시 폴리에틸렌(PE; Polyethylene)의 산화안정성 (oxidative stability) 측정

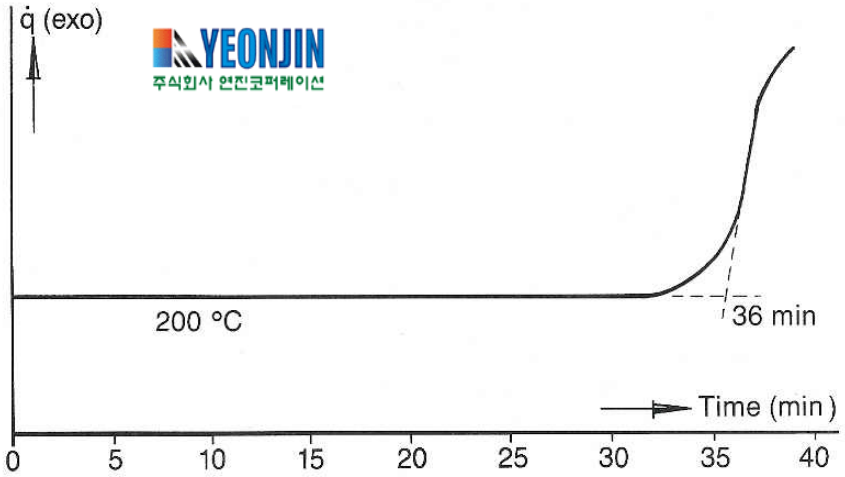


그림 1.11. 등온(isothermal heating) 시 PE의 산화안정성 측정. 시료를 200℃로 유지시켰을 때 시간에 따른 산화과정이 측정된다.

Copyright© ㈜연진코퍼레이션 http://www.yeonjin.com

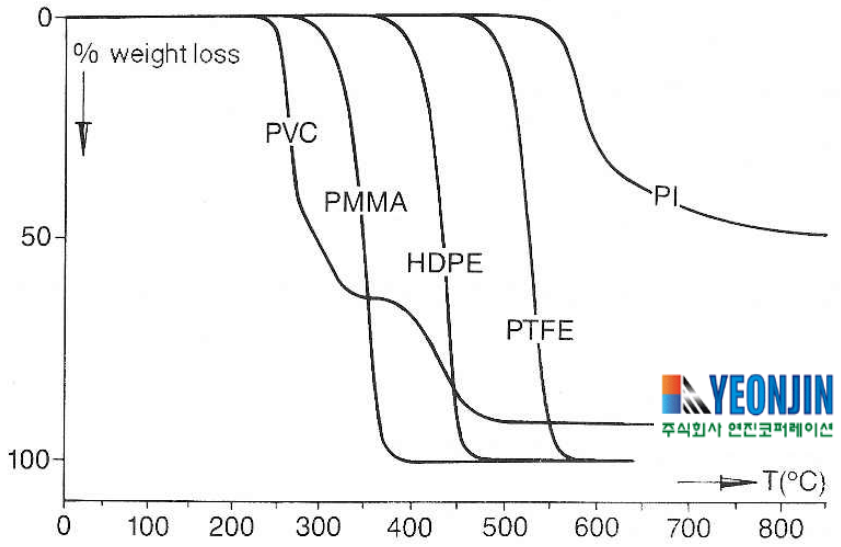


그림 1.12. TGA를 이용한 열안정성(thermal stability 또는 thermal degradation) 측정.
PVC: polyvinyl chloride,
PMMA: polymethyle methacrylate, HDPE: high density polyethylene, PTFE: polytetrafluorethylene, PI: polyimide

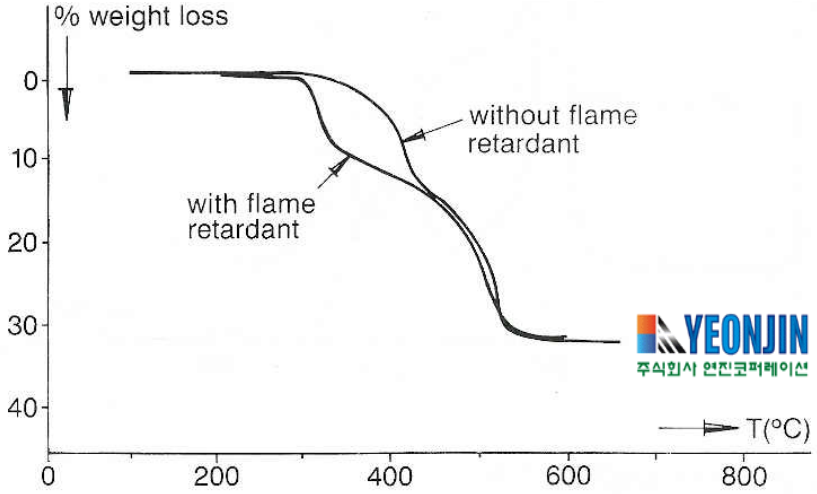
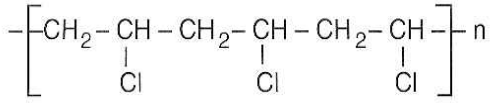
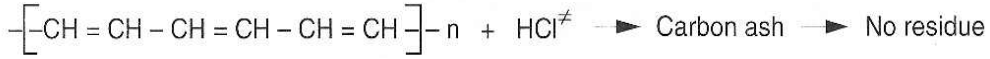


그림 1.13. 공기 분위기에서 TGA에 의한 고분자의 안정제 영향 측정(열안정성 또는 난연성 측정)

공기중 PVC의 분해는 다음의 메카니즘에 따라 발생된다.





이 과정은 아래의 TGA curve에 직접 나타난다.

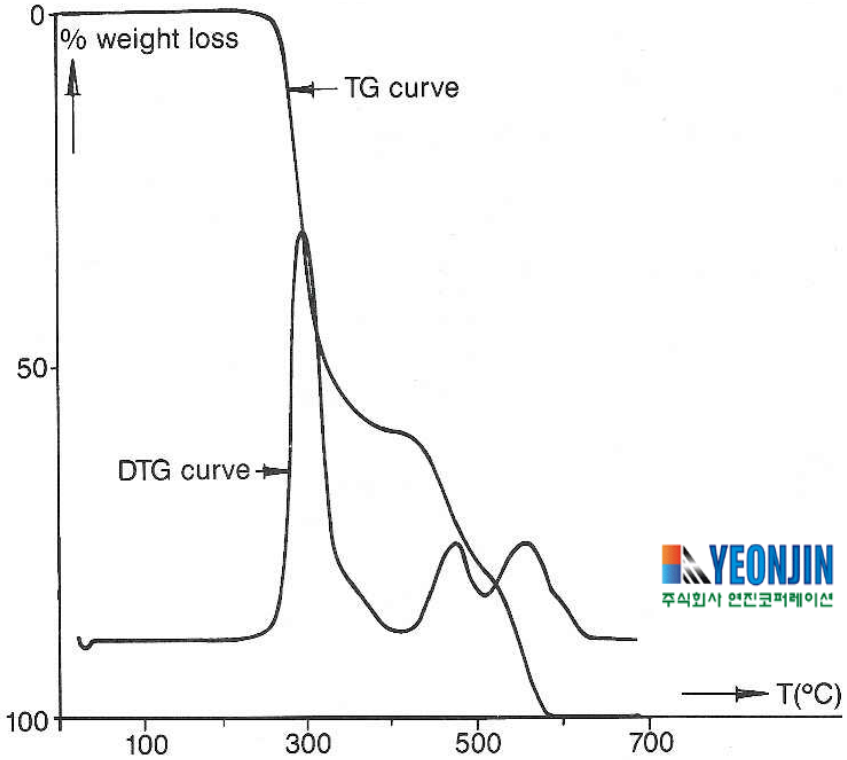


그림 1.15. 공기 중 TGA에 의한 PVC의 질량손실 측정. 분해 단계는 DTG signal에 특히 잘 표현되어 있다. 첫 픽은 PVC의 열안정성을 직접적으로 측정하는데 기여한다.

또한 DSC에 의하면 PVC의 특성에 대한 중요한 정보를 얻을 수 있다.

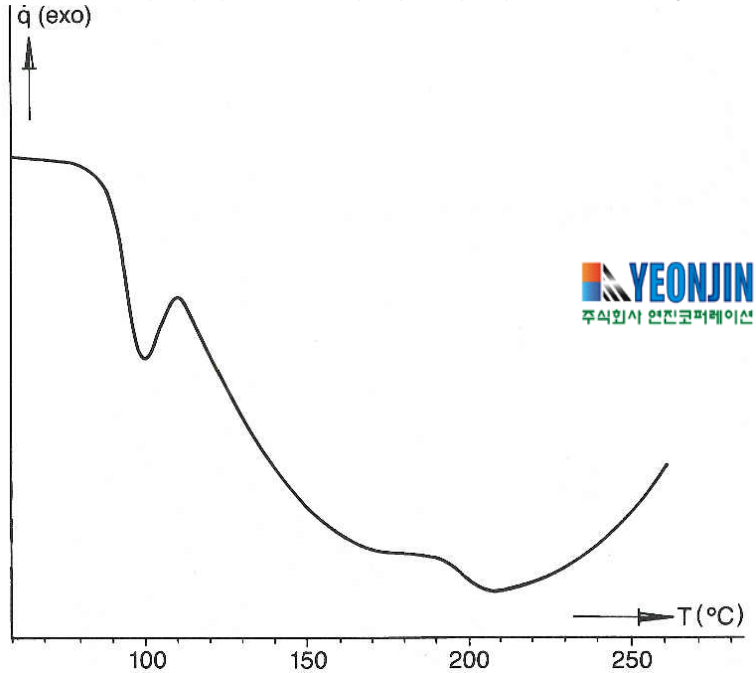


그림 1.16. DSC를 통한 PVC의 측정. 대략 85℃에서 유리전이(glass transition)가 발생되고 넓은 영역에 걸친 endothermic 과정은 불량 PVC 결정의 용융과정이다. 이어서 발열성 분해(enxothermic degradation)가 뒤 따른다. 전체 curve는 완전히 PVC의 조성에 따라 다르며 시료의 열이력(thermal history)에 의존한다.

열분석의 중요한 장점은 물질의 혼합물과 블렌드를 연구할 수 있다는데 있다. 따라서 위의 고무블렌드 조성분석에 이미 언급된 바와 같이 재료의 조성분석(compositional analysis)이 가능함을 말한다. 다른 예는 아래와 같다.

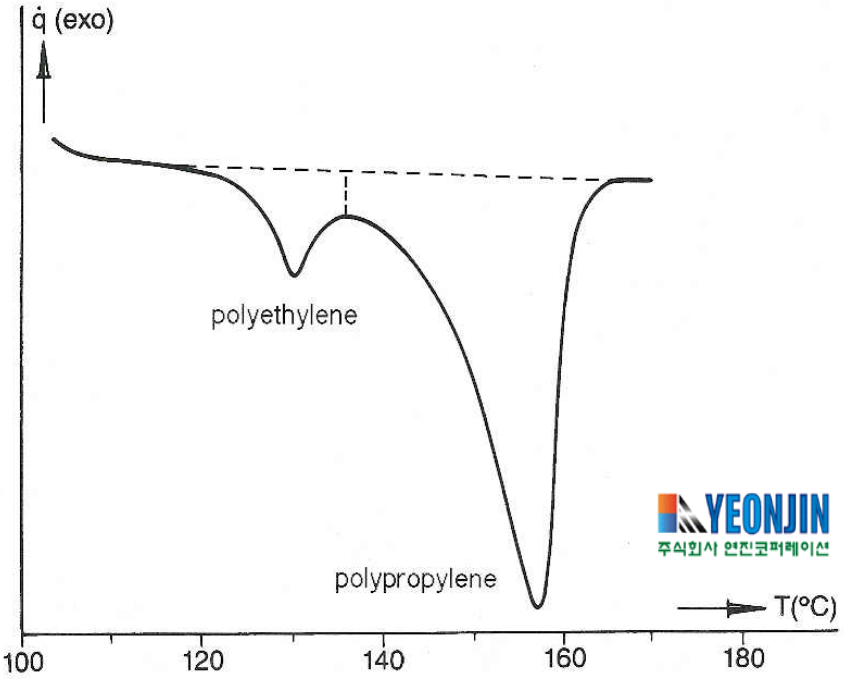


그림 1.17. PE/PP 고분자 블렌드의 DSC 측정 커브: PE(polyethylene)는 PP (polypropylene)보다 낮은 온도에서녹는다. 따라서 상대적인 peak 영역은 블렌드 중 PE의 함량(percentage)을 검출하는데 사용된다. Melting point가 다른 모든 고분자 블렌드는 이러한 방법으로 분석되며 DSC 기술의 대단한 특징이다.

뿐만 아니라 TMA(Thermomechanical Analysis; 열기계분석기)를 이용하면 더욱 훌륭한 결과를 얻을 수 있다. 다음 그림은 PE 코팅지의 분석을 보여 준다. 용융 후 즉시, 코팅은 HDPE임을 알려 주는 것이다. 이 과정으로부터 코팅 두께를 직접 계산할 수 있다.

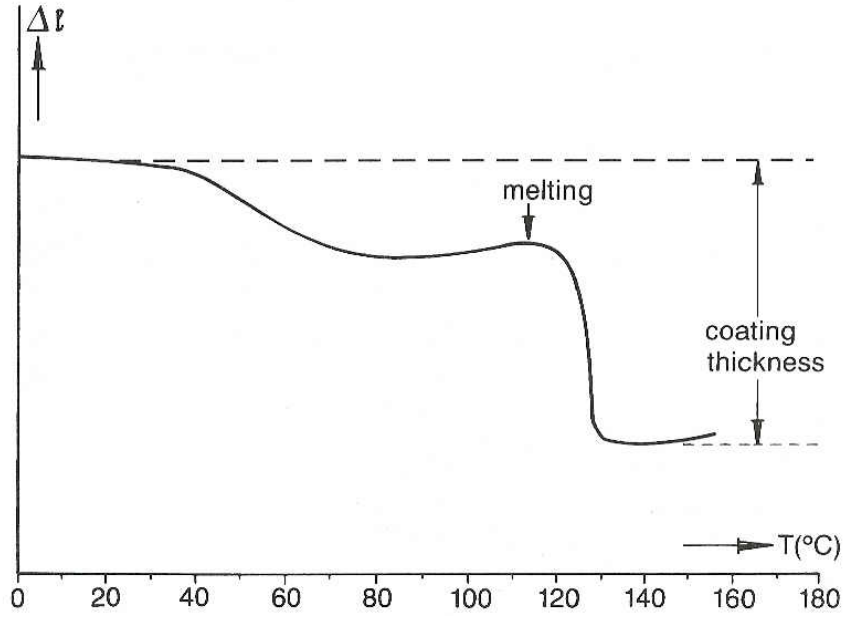


그림 1.18. 고분자 재료의 TMA 측정

Copyright© YEONJIN Corp. Scientifics
http://www.yeonjin.com
02)2675-0508, Seoul, Korea