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 III : 열분석 측정 사례

플라스틱 재활용 산업에서의 중요한 application은 DSC를 이용한 미지의 고분자 식별(identification)이다. 이는 특히 용융이 확연한 준결정성고분자 (semicrystalline polymer)에 유용하다. 유리전이 온도 역시 고분자 식별에 시용된다. 다음의표는 몇가지 잘 알려진 고분자의 유리전이(Tg)와 용융온도(Tf 또는 Tm)를 보여준다.

표 1.3. 고분자의 유리전이온도 및 용융온도

고분자	약어	Tg (℃)	Tf or Tm(℃)
Polyacrylonitrile	PAN	100	320
Polyamide 6 (Nylon 6)	PA 6	40	220
Polyamide 6,6	PA 6,6	50	255
Polyamide 6,10	PA 6,10	46	226
Polycarbonate	PC	155	235
Polyethylene, high density	HDPE	-70	135
Polyethylene, low density	LDPE	-100	120
Polyethylene terephtalate	PET	69	265
Polymethyl methacrylate	PMMA	105	
Polypropylene	PP	-30	165
Polystyrene	PS	90~100	
Polytetrafluorethylene	PTFE	-20	327
Polyvinyl chloride	PVC	85	190

DSC의 또다른 application은 재료의 순도분석이다. 아래의 그림은 용융 시 순도의 영향을 분석한 예이다.
Clapeyron의 열역학적 기본 법칙으로 직접 유도된 소위 Van't Hoff 식은 순도(purity)와 평형 용융온도(equilibrium melting temperature)의 관계를 표현한 것이다. DSC로써 재료의 완전한 용융과정이 한 번의 실험으로 기록되어 재료의 순도가 직접 계산된다.

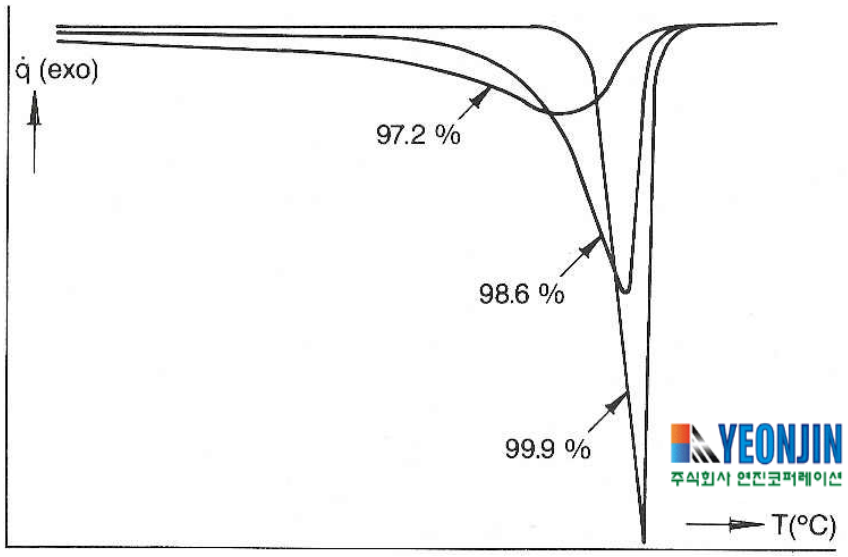

그림 1.19. DSC에 의한 순도분석(purity determination)
열분석이 유용하게 적용되는 매우 다른 한 분야는 촉매반응(catalysis)이다.

그림 1.20은 알루미나에 Ni 촉매제 의 영향을 TGA로 분석한 예이다. 이는 물질에 $Ni(NO_3)2 \cdot H_2O$를 가하여 가열함으로써 얻어진 것이다. 처음엔 결정수(water of crystallization)의 손실이 발생되고 Ni nitrate는 Ni oxide로 분해된다. 이어서 환원성 분위기에서 이 산화물은 금속으로 전환된다.

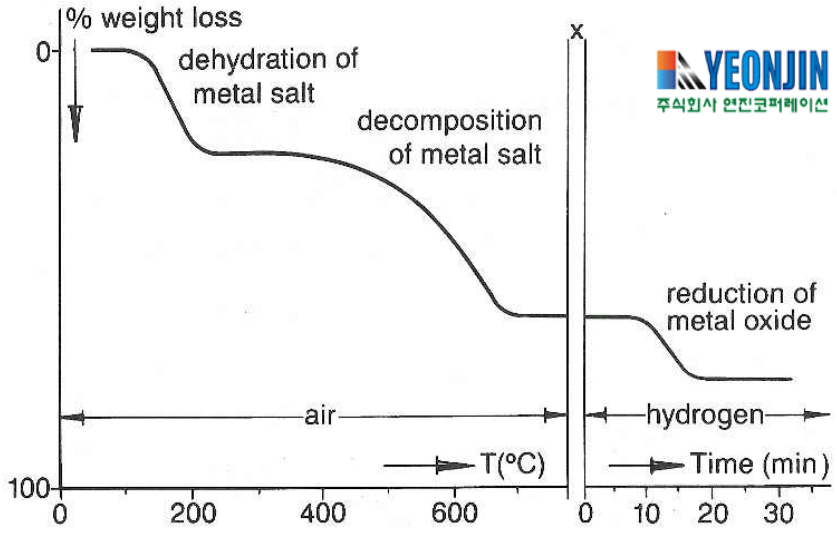

그림. 1.20. 촉매반응물; x: 산화수소 가스의 형성을 피해 수소가 가해지기 전에 공기 분위기를 질소환경으로 전환함

반응 시 촉매제의 영향은 그림 1.21에 보여지는 바와 같이 DSC나 DTA를 이용해 쉽게 측정된다.

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

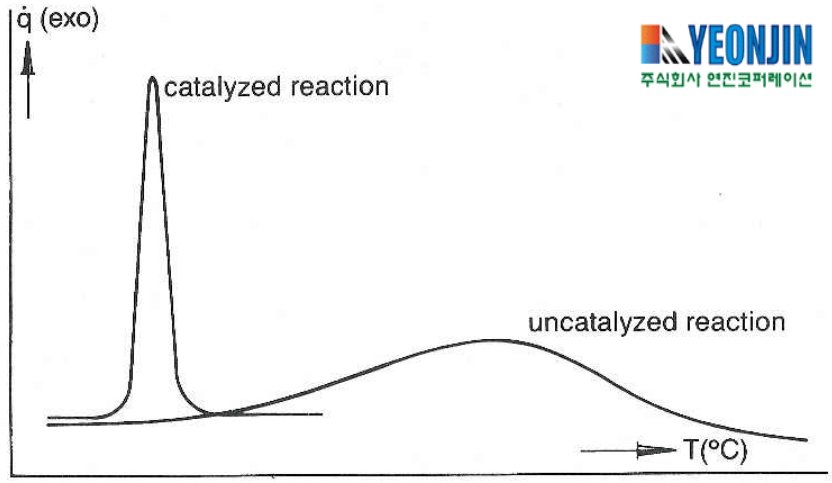

그림 1.21. 촉매 첨가

유기화학에서는 그림 1.22와 같이 TGA에 의해 재료의 분해가 용이하게 측정된다.

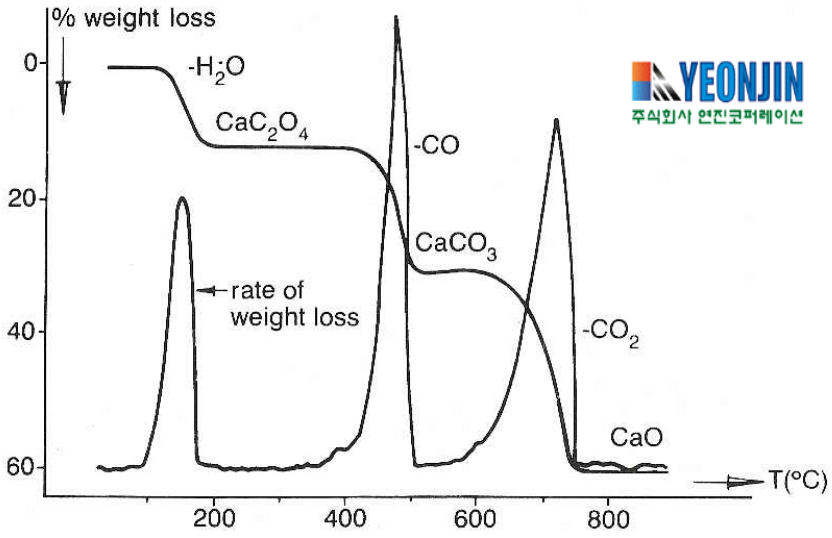

그림 1.22. Calcium oxalate hydrate(CaC2O4・H2O)의 분해

세제와 화장품 산업에서 열분석은 자주 이용된다.

그림 1.23은 cloud point 검출을 보여 주는 예이다. Cloud point는 냉각 중에 비이온성의 상분리가 일어나는 온도를 가리킨다. 그림은 스티어산(stearic)과 팔미트산(palmitic)의 비교이다.

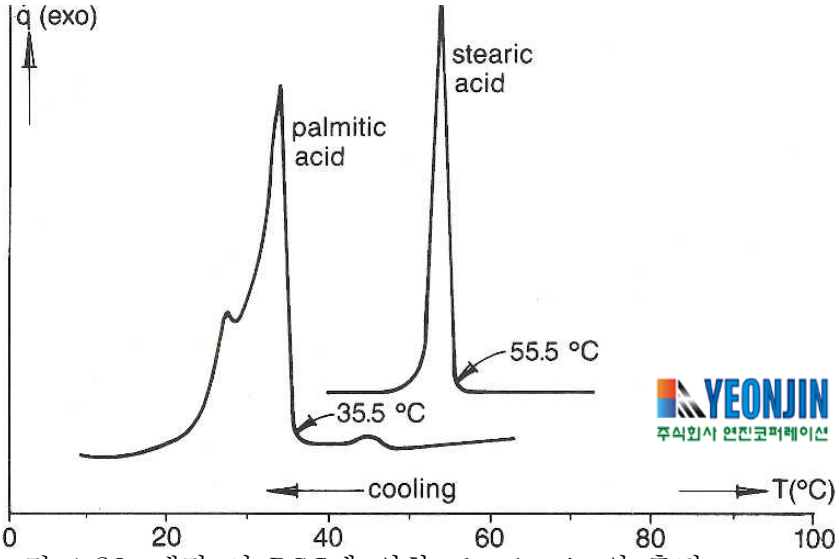

그림 1.23. 냉각 시 DSC에 의한 cloud point의 측정

그림 1.24는 위의 산업에서 TMA를 이용한 예이다. 여러 가지 연화온도(softening temperature)를 측정한 것이 다.

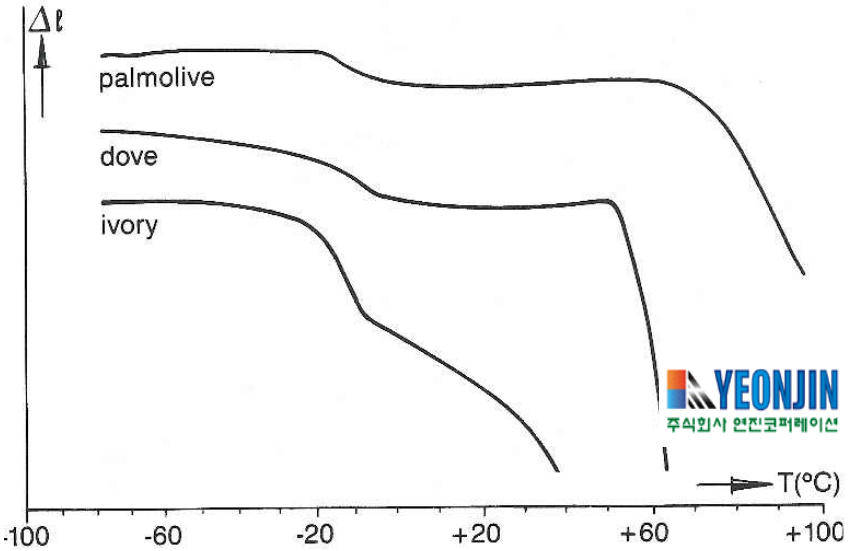

그림 1.24. Softening of soaps

DSC는 감도가 매우 뛰어나기 때문에 최근 열분석은 생화학 분야에서도 성공적으로 적용되는 분석기술이다.

그림 1.25의 예는 단백질의 부정형화(denaturation)를 보여 주는 것이다. 부정형화 중에는 엔탈피변화를 수반하는 구조 변화가 일어나면서 이 과정이 측정된다. 특히 측정감도(μWatts, μW)를 주시할 것을 권한다.

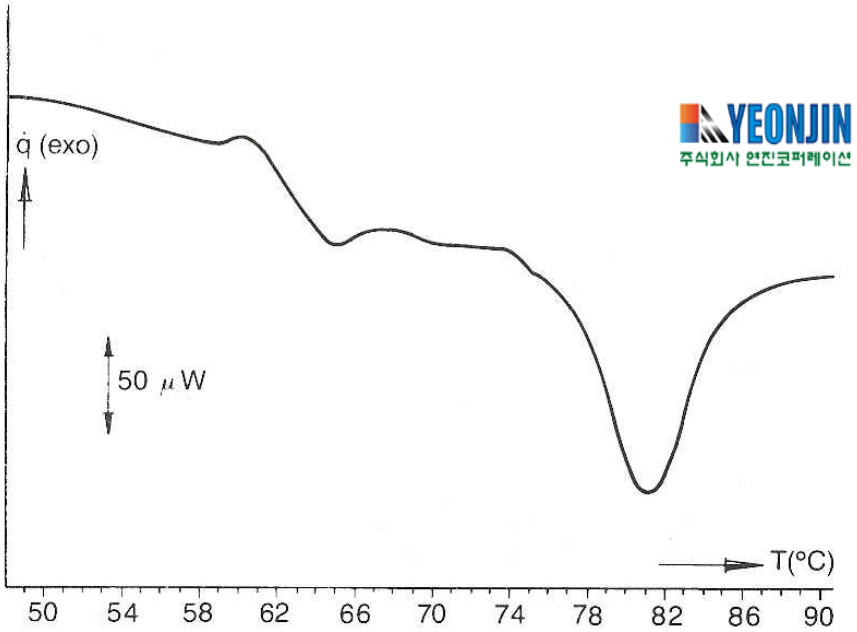

그림 1.25. 계란의 단백질 부정형화(denaturation)

액정(liquid crystal)의 전이는 고감도의 측정기술이 필요한 또 다른 예이다. 이는 전자 산업에서 특별한 관심이 집중되는 분석기술이다.

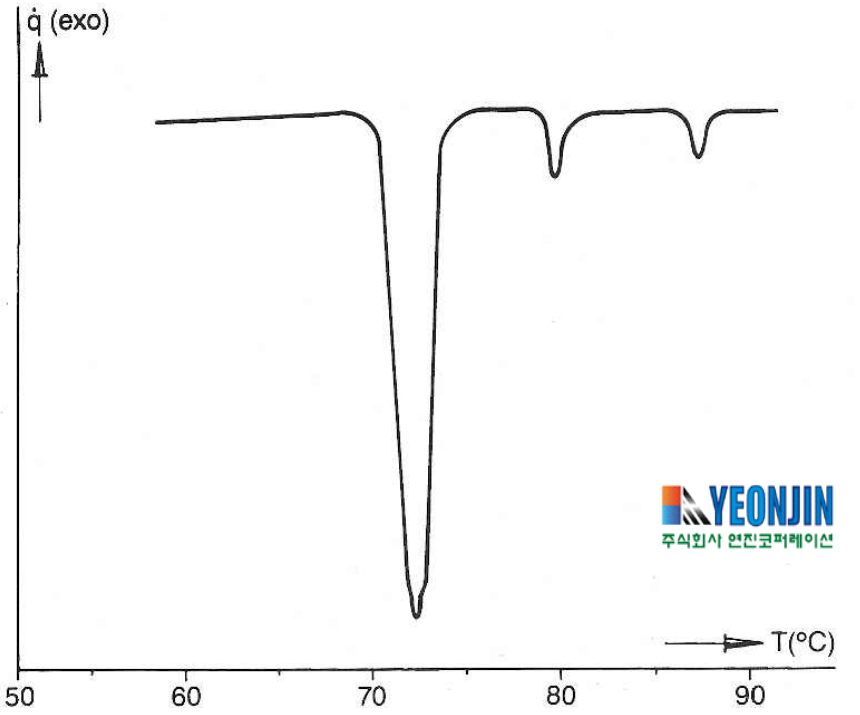

그림 1.26. 액정의 전이: 69℃에서 액정물질은 smectic 상으로 향해 녹아, 79℃에서 cholesteric 상으로 전이한 다. 86℃에서 isotropic liquid로 전이한다.

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

표 1.2에 언급된 바와 같이 열분석은 재료의 특성을 분석하는데 매우 광범위하게 사용된다.

그림 1.27은 상용 자동차 그리스유의 DSC curve이다. 이 커브는 제품에 대한 "fingerprint" 이다.

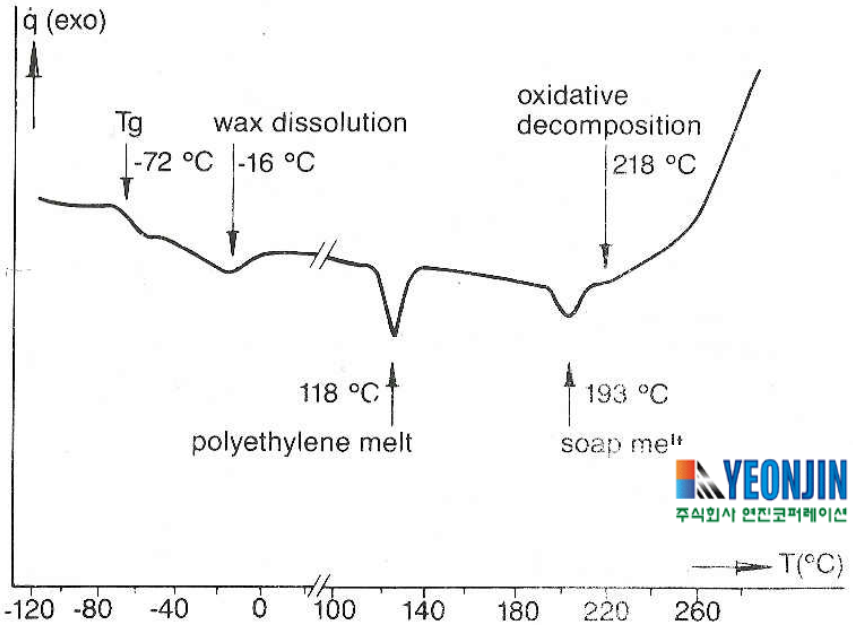

그림 1.27. 상용 자동차 그리스유의 DSC curve

그림 1.28에서는 DSC에 의한 버터와 마가린의 비교이다.

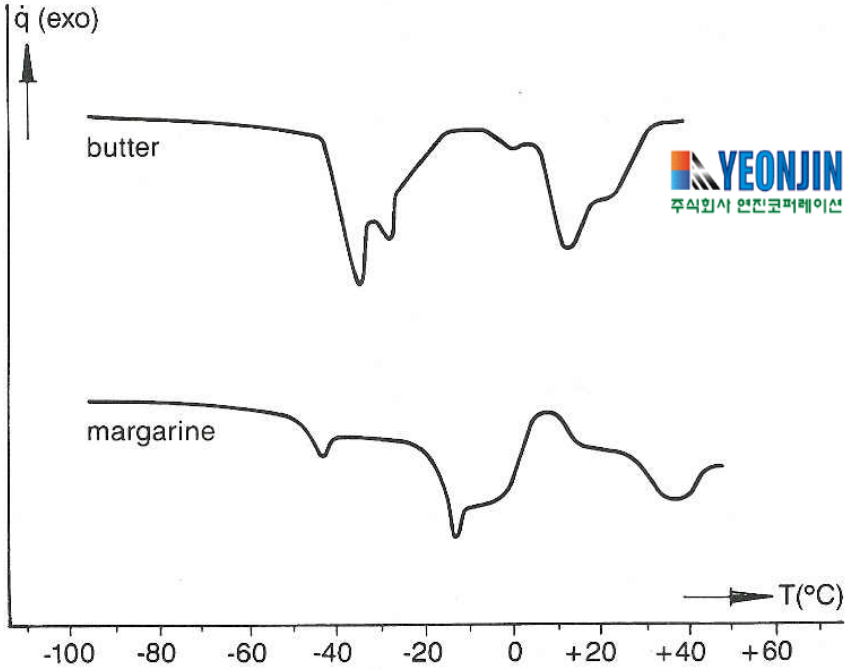

그림 1.28. DSC에 의한 버터와 마가린

그림 1.29은 섬유의 특성을 분석하는데 열분석이 사용된 예이다.

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

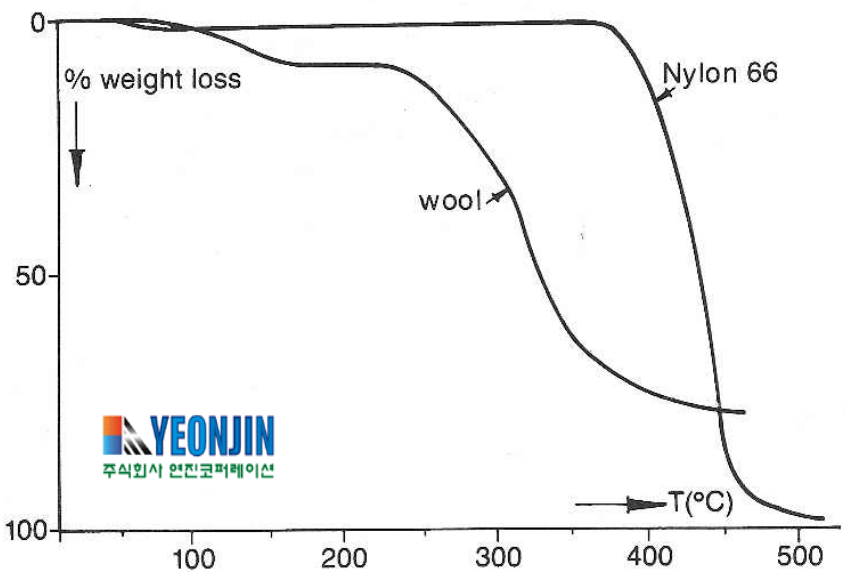

그림 1.29. 공기 중에서 TGA에 의한 Nylon 66와 울의 측정

TMA에 의한 자동차의 v-belt에 대한 열팽창율. 3번은 과다 팽창에 의해 본 예로써 적당하지는 않다.

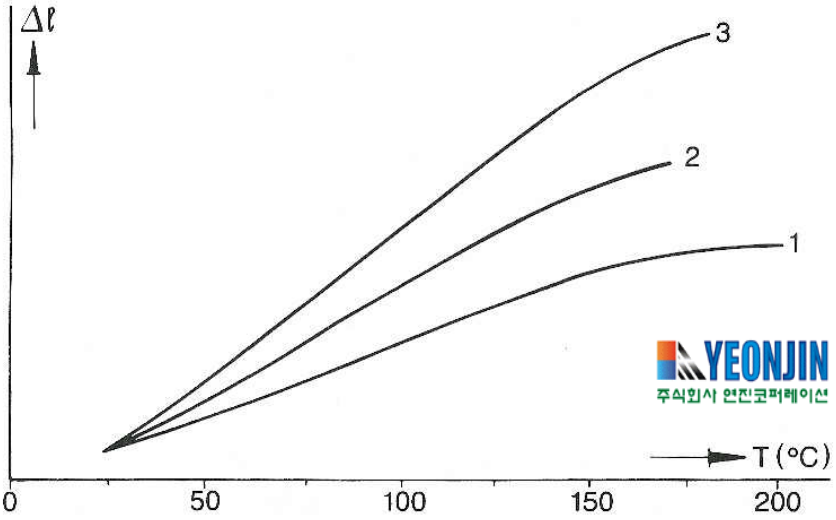

그림 1.30. 3가지 다른 자동차용 v-belt의 열팽창(thermal expansion)

끝으로 1.31은 두 종류의 시멘트 비교이다.

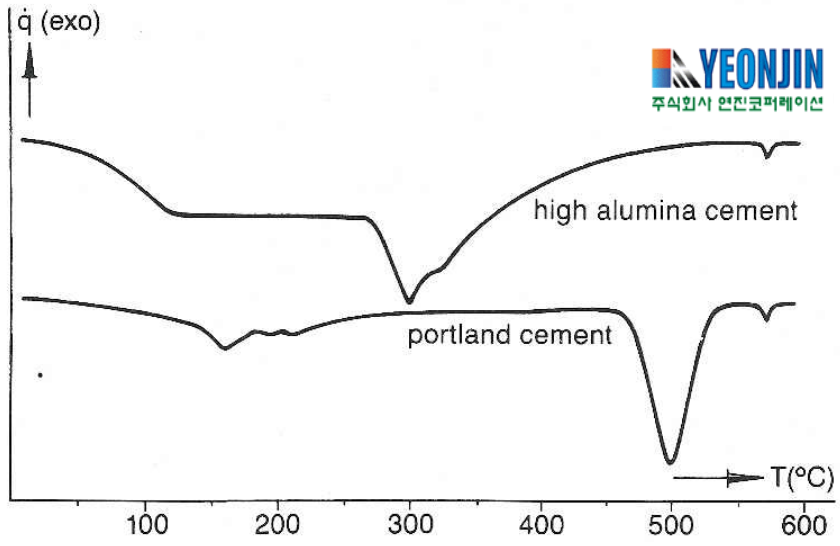

그림 1.31. 시멘트의 DSC 측정

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