Ⅰ. 서론

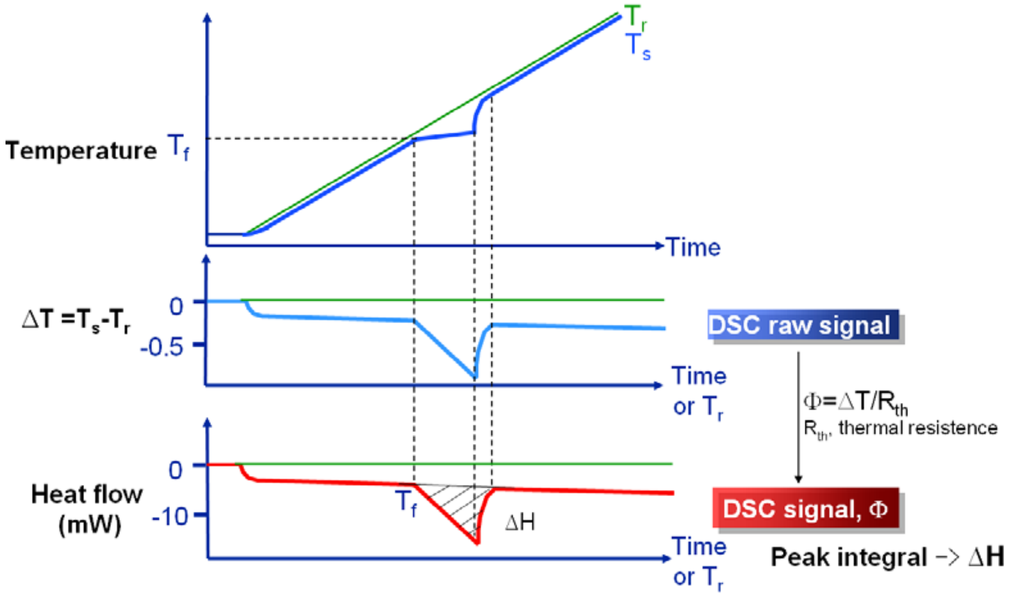
1.1 열분석 (Thermal Analysis)

열분석이란 물질의 물리적 변수(physical parameter)를 온도의 함수로 나타내는 분석 방법으로 온도를 일정하게 변화시킴에 따라 나타나는 열적 특성 변화를 분석하는 것이다. 이 때 어떤 물리적 변수의 변화를 볼 것인가에 따라 여러 가지 방법들이 있으며 대표적인 방법들은 아래와 같다.

측정법	관측량	기호	단위
DTA(Differential thermal analysis)	온도차	ΔT	K
DSC(Differential scanning calorimeter)	열유속	Δq	Joule/s=Watt
TGA(Thermo gravimetric analysis)	중량	g(%)	g
TMA(Thermo mechanical analysis)	길이	ΔL(%)	m

1.2 시차주사열량계(Differential Scanning Calorimeter, DSC)의 원리

DSC(시차주사열량계)는 시료와 불활성 기준물질을 동일한 온도 프로그램에 따라 변화시키면서 온도와 시간의 함수로서 측정된 시료와 기준물질의 열유속차이(difference in heat flow)를 측정한다. 열유속을 시간으로 미분하면 에너지량(mW · s 또는 mJ)으로 환산되며, 열에너지는 시료의 엔탈피(Enthalpy) 변화에 상당한다. 시료가 에너지를 흡수하면 엔탈피 변화는 흡열(Endothermic)이며 에너지를 방출하면 발열(Exothermic)이 된다. DSC는 엔탈피 변화와 전이에 의해 발생되는 열적 거동에 대한 다양한 정보를 제공하며 유리전이(Glass transition), 화학반응, 녹는점, 산화안정성 등과 같은 물리적 변화을 구할 수 있다.



1.3 시차주사열량계 (Differential Scanning Calorimeter, DSC)의 특성

DSC 곡선에서 온도에 따른 peak의 위치, 모양 및 수로부터 시료의 정성적인 확인을 할 수 있으며, peak의 면적은 엔탈피의 변화와 직접 비례하기 때문에 용융, 증발, 중합, 화학반응 등의 열량을 계산할 수 있다. 또한 시험 속도가 빠르고 재현성이 우수하나 시료의 사용량이 mg 단위로 매우 작은 단점이 있다.

2. 시험 방법

2.1 관련 규격

규격	규격명	조건	기록
ASTM E 537-07	Standard Test Method for The Thermal Stability Of Chemicals by DSC	a) 시료량 5 mg, b) 승온속도 (2 ~ 20) ℃/min c) 온도범위 (20 ~ 500) ℃	a) Onset Temp. b) Extrapolated onset Temp. c) Enthalpy
ASTM E 2160-04	Standard Test Method for Heat of Reaction of Thermally Reactive Materials by DSC	a) 시료량 2 mg b) 승온속도 10 ℃/min c) 온도범위 (20 ~ 600) ℃	

2.2 시험 방법

가) Indium metal(녹는점 156.6 ℃, 용융열 28.45 J/g)을 이용하여 온도 및 열량을 보정한다.

나) 측정하고자 하는 분위기(공기, 산소, 질소 등)의 유량을 조절하여 purge 시킨다.

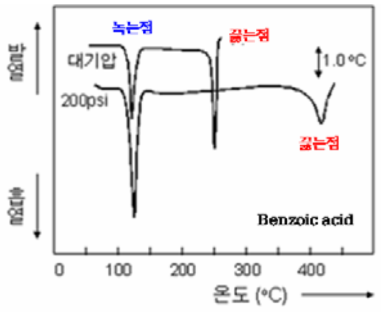
다) 시료를 넣은 DSC pan과 기준 물질이 되는 비어있는 DSC pan을 cell에 올려놓은 후, 질량 및 측정하고자 하는 온도 프로그램을 설정하여 시험을 시작한다.

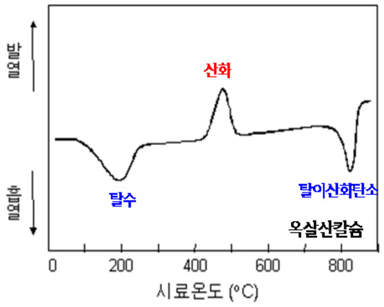
라) 측정된 결과값(개시온도, 엔탈피 등)을 기록한다.

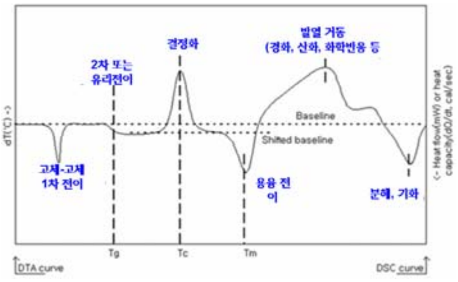
3. 적용 및 응용

3.1 응용[1)]

① 유기 화합물	② 무기 화합물	③ 고분자 물질
· 녹는점, 끓는점, 분해점 및 물질간 화학반응 거동 등을 측정할 수 있음.	· 무기 화합물의 탈수 및 산화, 분해 등의 열적 거동을 관찰할 수 있음	· 고분자의 용융, 분해 및 결정화, 유리전이 등의 변화를 측정할 수 있음.







1) http://bint.kr/

3.2 적용 사례 (위험성 평가)

가) 에폭시 계열의 복합재 가공분진과 유리섬유 화합물에 대한 분진폭발 특성 평가

발사관 제작공정에서 발생하는 분진에 대한 폭발위험성에 대한 평가 의뢰가 접수되어 위험성 평가를 실시하였으며, DSC 시험 결과, 에폭시의 경화(curing)가 일어나면서 1차 발열을 보였으며, 260 ℃이상에서 고분자 사슬의 분해로 인한 발열이 관찰되었다.

나) 열매유의 열안정성 평가

2009년 3월에 발생한 열매유 누출로 인한 화재사고의 원인 규명을 위해 열매유에 대해 산화개시온도 및 열안정성 등을 평가하였다. 신유 및 사용유에 대한 DSC 시험 결과, 사용유의 산화개시온온도가 신유에 비해 12 ℃ 높았으며 열분해개시온도는 14 ℃가량 더 낮게 나왔으며 이는 공기(산소)에 노출되는 정도에 따라 산화 진행 정도에 큰 차이를 보임을 알 수 있었다.

다) Cellulose, HPMC의 화재·폭발 특성 평가

부산지역본부 중대산업사고예방센터의 안전진단시 위험성 평가용으로 Cellulose, HPMC (Hydroxypropyl Methyl Cellulose)분진의 화재·폭발 위험성평가를 실시하였으며, 기초자료로 DSC를 측정하였다. 시험 결과, HPMC 및 Celulose의 발열 피크는 고분자 주쇄의 열적 산화(thermal oxidation)에 의한 분해반응으로 인한 것으로 보이며 승온속도가 낮을수록 분해개시온도는 낮아짐을 알 수 있었다.

4. 참고문헌

4.1 참고문헌

KS 규격, 해외 논문 등 주석 참조