TGA 사용방법

* 실험 시작시
- TGA기기 전원, 쿨러 전원을 켜고 질소가스 밸브를 연다. 압력 0.5 미만이 되도록 한다.

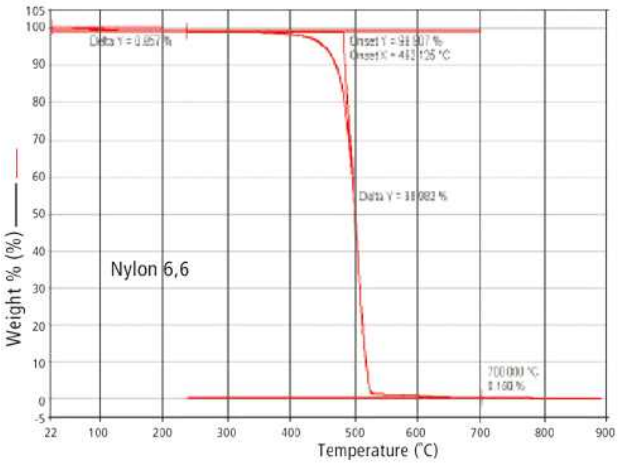
- Apply를 눌러 질소 가스를 퍼징하고 Approx. Gas Flow가 약 10mg/min이 될 때까지 기다린다.
- TGA기기 뚜껑을 열고 디시를 핀셋으로 꺼내 비커에 담은 후, 토치를 이용하여 잔여 유기물을 태워 제거한다.

* 샘플 측정시
- Method Editor 창의 Sample Info 탭에서 Directory와 Sample ID, File Name을 설정한다.
- Method Editor 창의 Program 탭에서 시작온도, 종료온도, 승온속도를 설정한다.
- 디시를 핀셋을 이용하여 다시 넣고 뚜껑을 덮는다.
- 무게가 안정해질 때까지 기다렸다가 Zero weight ( )을 눌러 영점을 맞춘다.
- 샘플을 약 20g 정도 디시에 넣고 뚜껑을 덮은 후 무게가 안정해지면 Sample weight ( )을 누른다.
- Start ( )를 눌러 측정을 시작한다. 측정은 세팅한 온도와 승온속도에 따라 소요시간이 다르다.

* 실험 종료시
- TGA기기 전원, 쿨러 전원을 끄고, 질소가스 밸브를 잠근다.
- 디시를 핀셋으로 꺼내 비커에 담은 후, 토치를 이용하여 잔여 유기물을 태워 제거한다.

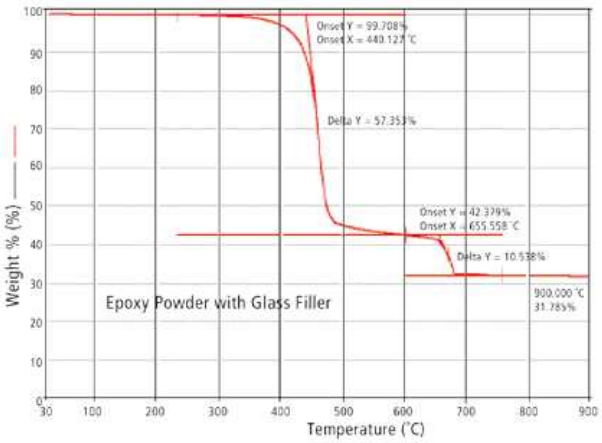
TGA 분석시 파악 가능한 물성

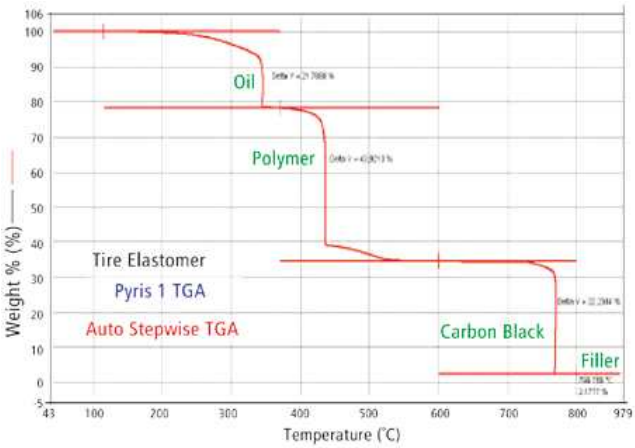
① 열분해온도 및 열안정성



TGA 그래프가 급격하게 감소하는 부분은 열분해가 시작되는 구간으로, TGA 그래프를 미분한 DTG 그래프의 피크점을 통해 열분해온도를 파악하고 샘플의 열안정성을 비교할 수 있다.

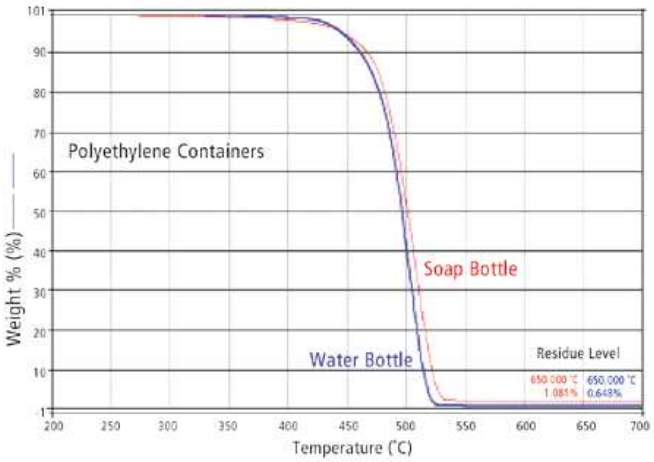
② 고분자 복합재료의 조성 분석 및 필러 함량





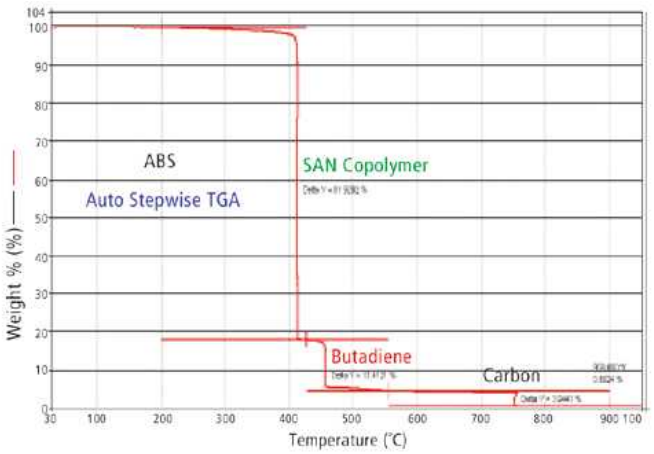
복합재료를 구성하는 필러는 보통 무기물로서 일반적인 고분자가 열분해되는 온도인 200~400 ℃에서 연소되지 않으며 그 종류에 따라 1000 ℃ 이상 가열하여도 열분해되지 않는다. 따라서 일정 이상 샘플을 가열한 후 남은 질량비는 복합재료에 포함된 필러의 함량비임을 알 수 있다.

③ 각 고분자들의 열물성 비교



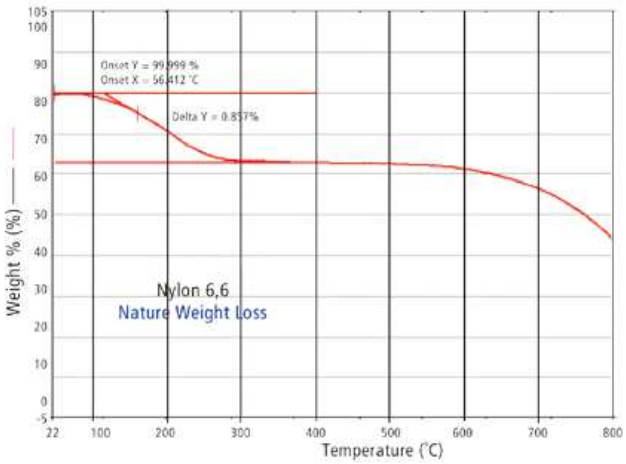
각 고분자는 그 구조나 작용기, 분자량 등에 따라 다른 열적 물성을 가진다. 이를 TGA로 분석하면 열분해온도 및 열안정성, 구성비 등을 파악하여 고분자들의 열적 물성을 비교할 수 있다.

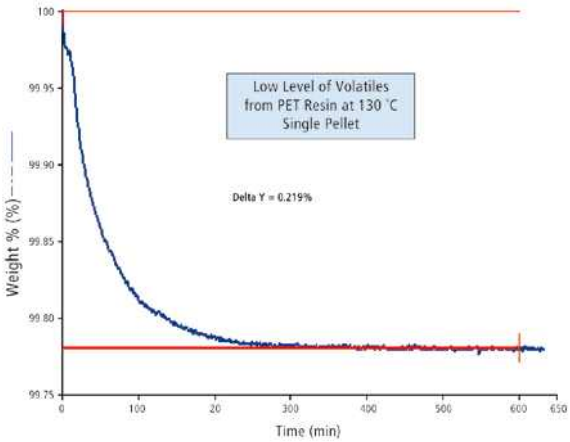
④ 고분자 블렌드의 조성 분석 및 구성 질량비



각 고분자는 고유의 다른 열분해온도를 가지며 고분자 블렌드는 열분해시 여러 온도 구간에서 계단 형태의 분해가 일어난다. 이를 통해 블렌드 상의 고분자의 중량비를 파악할 수 있다.

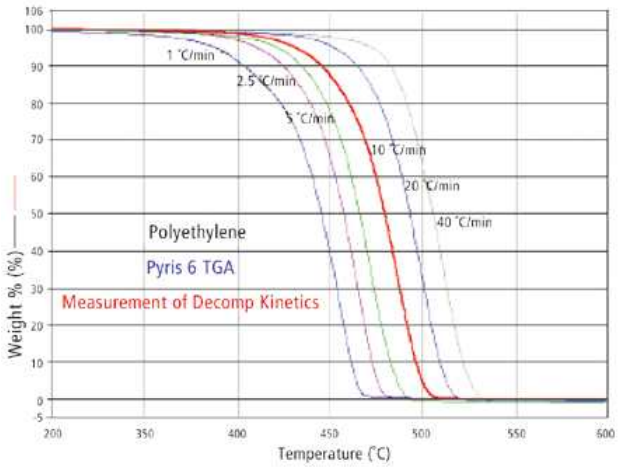
⑤ 휘발성 물질의 중량비 파악

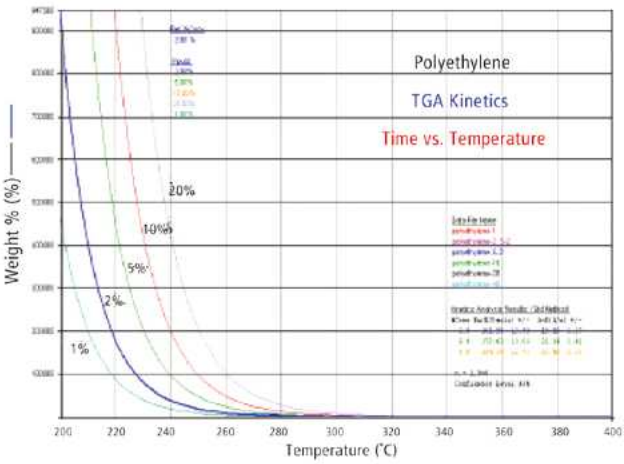




수분은 100 ℃에서 증발하기 시작하므로 대략 200 ℃ 미만에서의 중량 감소는 수분 함유량으로 해석할 수 있다. 또한 수분 외에도 소량의 휘발성 물질이 끓는점에서 기화하여 중량 감소가 일어나므로 끓는점을 통해 휘발성 물질이 무엇인지 추정할 수 있다.

⑥ 수명 예측을 위한 열분해 Kinetics 파악





승온 속도를 달리하면 열분해온도가 달라지는 점을 이용하여 열분해 Kinetics를 분석하면 다양한 열적 환경에서의 샘플의 수명 예측이 가능하다.

⑦ 상기 나열된 항목들 외에도 산화 및 환원시, 화학반응 등에 의해 발생하는 중량 증가 및 감소를 통해 반응온도와 반응 Kinetics 파악, 탈수 및 흡수 여부를 파악할 수 있다.