

DSC(Differential Scanning Calorimetry) 사용방법

1. Thermal DSC

* 실험 시작시

- DSC 쿨러를 켜고 고순도 질소가스 밸브를 연다.
- 뚜껑이 닫혀 있다면 [Lid open]을 열어 뚜껑을 연다.
- Photo DSC용 측정구가 고정되어 있다면 나사를 풀고 분리하여 Thermal DSC 측정용으로 정비한다.

* 샘플 측정시

- Procedure 탭에서 측정시간과 온도조건 등 실험 Methods를 설정한다.
- DSC 팬에 샘플을 넣고 뚜껑으로 봉하여 무게를 잰다.
- 무게와 샘플이름을 소프트웨어 상에 기입하고 저장 경로를 설정한다.
- 핀셋을 사용하여 빈 팬(Reference)와 샘플 팬을 측정기에 위치를 확인하여 넣는다.
- [Lid close]를 눌러 기기 뚜껑을 닫는다.
- 시작 버튼을 누른다.

* 실험 종료시

- DSC 쿨러 전원을 끄고 고순도 질소가스 밸브를 잠근다.
- 기기 내 팬을 제거한다.

2. Photo DSC

* 실험 시작시

- DSC 쿨러와 UV 스파큐어 전원을 켜고 고순도 질소가스 밸브를 연다.
- Photo DSC용 측정구를 나사를 돌려 고정한다.
- UV 스파큐어가 장착된 뚜껑을 닫았을 때 UV가 가려지지 않고 샘플에 닿을 수 있도록 측정구의 방향을 조정한다.

* 샘플 측정시

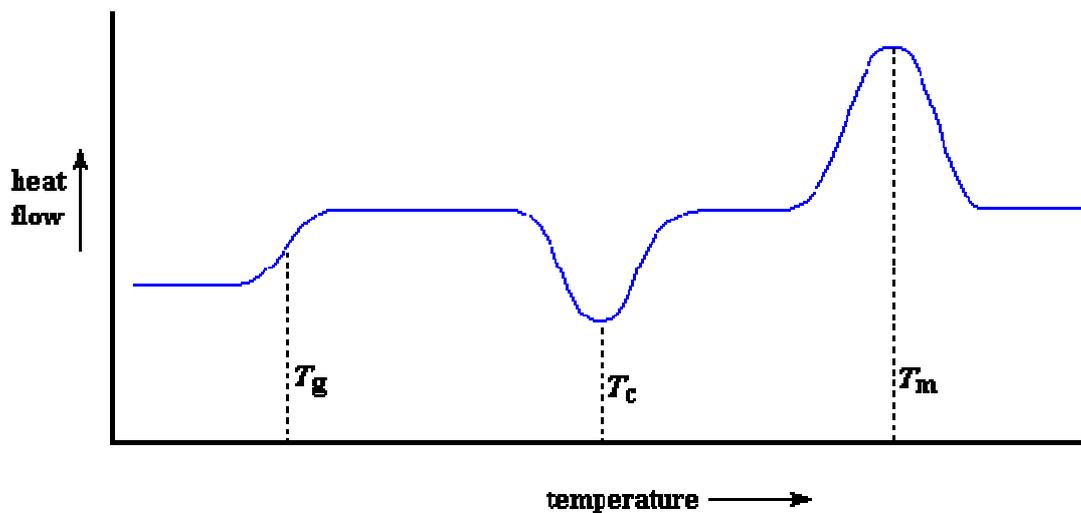
- Procedure 탭에서 UV Shutter open시간, 온도조건 등 실험 Methods를 설정한다.
- Photo DSC 팬에 샘플을 넣고 무게를 잰다.
- 무게와 샘플이름을 소프트웨어 상에 기입하고 저장 경로를 설정한다.
- 핀셋을 사용하여 빈 팬(Reference)와 샘플 팬을 측정기에 위치를 확인하여 넣는다.
- 시작 버튼을 누른다.

* 실험 종료시

- DSC 쿨러, 스파큐어 전원을 끄고 고순도 질소가스 밸브를 잠근다.
- 기기 내 팬을 제거한다.

DSC 분석시 파악 가능한 물성

*시료와 기준물질의 온도를 프로그램에 의하여 일정한 속도로 변화시키면서 둘 사이의 온도차를 zero로 유지하기 위하여 필요한 에너지(enthalpy)의 양을 측정하여 열의 흐름을 온도의 함수로 나타내어 얻어진 피크의 위치, 모양 및 수로부터 시료의 정성적인 분석과 또한 시료 변성 시 피크의 넓이변화로부터 시료의 열에 대한 엔탈피 변화 등에 대한 변수들을 정량적으로 측정할 수 있다.



The entire DSC plot, right before your very eyes!

측정하고자 하는 온도 범위 내에서 아무런 전이현상을 나타내지 않는 기준물질(reference : alumina)과 고분자 시료를 각각 가열로에 넣고 일정한 속도로 온도를 증가시키면 기준물질에 대한 에너지의 공급량은 일정하게 유지되지만 고분자 시료의 경우에는 특정 온도에서 전이가 일어나기 때문에 공급되는 에너지의 양이 변하게 된다. 열전기쌍이 온도차를 나타낼 때에는 열은 시료와 기준물질 중에서 온도가 낮은 쪽에 가해져서 온도가 같아지게 된다. 온도를 같게 유지하는데 필요한 가열속도는 시료온도의 함수로서 기록된다. 대표적인 전이점인 유리전이온도(glass transition temperature, T_g)와 용점(melting point, T_m)에서 흡열에 의해 에너지 공급량이 증가하고, 결정화온도(crystallization temperature, T_c)에서는 발열에 의하여 에너지가 감소하게 된다.

위의 그래프에서 보이는 피크 및 전이는 중합체의 조성 및 분자량에 관한 정성적 정보를 제공하고, 또 봉우리의 면적을 적분하면 용융열과 결정화열을 정량적으로 측정할 수 있다. 이 때 T_g 에서는 에너지 소모량이 적기 때문에 피크를 나타내지 못하고 경사를 나타낸다.