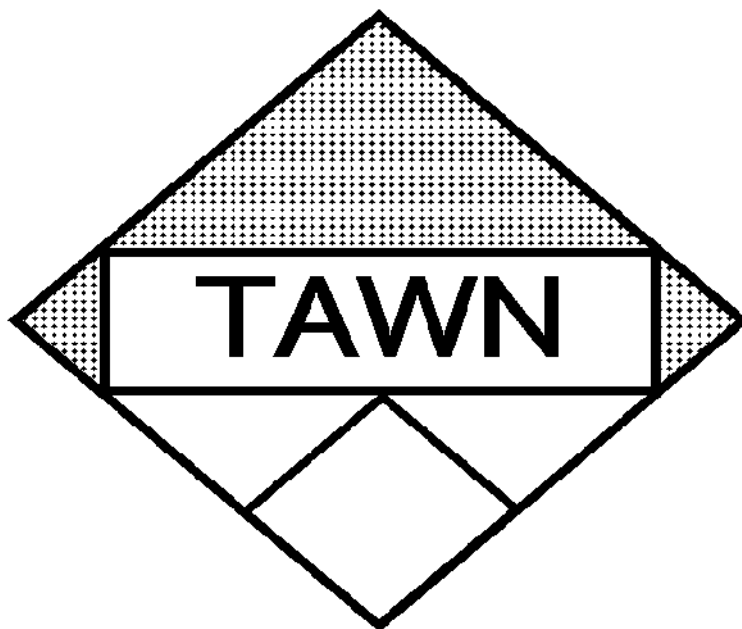


Thermische Analyse Bulletin

Het officiële orgaan van de Thermische Analyse Werkgroep Nederland aug. 2010



Conferentie data,
ESTAC 2010 , Apparatuur, Wetenschappelijke
bijdragen, Etc

**Conferentie locatie de Doelen.
22-28 augustus 2010**



WWW.ESTAC10.NL

COLOFON

Het Thermische Analyse Bulletin is het officiële orgaan van de Thermische Analyse Werkgroep Nederland (TAWN). Het bulletin wordt gratis aan de leden gestuurd.

In het bulletin worden opgenomen:

- nieuws van het bestuur van de werkgroep;
- gegevens over congressen, symposia en cursussen;
- internationaal nieuws;
- boekbesprekingen;
- gegevens over nieuwe apparatuur en de toepassing ervan.

Redactie:

Hr. M.F.J. Pijpers

Dir. v.d. Mühlenlaan 46

6463VZ Kerkrade

E-mail: thijs.pijpers@tiscali.nl

De TAWN stelt zich niet verantwoordelijk voor enige onjuistheden of fouten en de gevolgen daaruit voortvloeiende. Tevens is zij noch de redactie verantwoordelijk voor de inhoud van ingezonden stukken.

REDACTIONEEL

Dit is “alweer” het 100st Thermische Analyse Bulletin. Het is verheugend dat we weer een cursus kunnen organiseren binnen de TAWN, mits er voldoende deelname zal zijn. Verder in dit bulletin uiteraard informatie over de ledenvergadering welke gecombineerd wordt met de ESTAC 10. De Thermische Analyse Dag zal dit jaar vervallen.

Interessant is ook om een doorbraak op gebied van gebied van hoge scansnelheden aan te kondigen. Voor het eerst is deze commercieel verkrijgbaar.

Voor de ESTAC 10 zijn meer dan 200 deelnemers ingeschreven en zo’n 250 abstracts betreffende lezingen en posters.



Bestuur TAWN

Dr. P.J. van Ekeren, voorzitter

Ing W.P.C. de Klerk, secretaris

**Ir. A.J. Witteveen,
penningmeester**

**Dr. Ir. G. Hakvoort,
internationale
contacten**

**Prof. Dr. G.R.J. van den
Mooter**

**M.F.J. Pijpers, redacteur
bulletin**

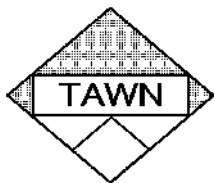
Ledenadministratie

**Dr. P.J. van Ekeren
TNO Defensie en Veiligheid
Afdeling Energetische
Materialen
Postbus 45, 2280 AA Rijswijk
tel. (015) 2843280
fax (015) 2843958
paul.vanekeren@tno.nl**

**Bank
Postbank, rek.nr. 1768689,
t.n.v.
Penningmeester TAWN,
Arnhem.**

Inhoudsopgave

- 1. Informatie en aanmeldingsformulieren TAWN.**
- 2. Data conferenties**
- 3. Informatie ledenvergadering**
- 4. verslagen ledenvergaderingen**
- 5. informatie ESTAC 10**
- 6. Thermische Analyse Cursus TAWN**
- 7. Bijdrage Mettler + advertentie FDSC**
- 8. Wetenschappelijke bijdrage Vincent Mathot**
- 9. Websites TA**



THERMISCHE ANALYSE WERKGROEP NEDERLAND

Sinds 1965 bestaat er in Nederland een werkgroep (vanaf 1990 een officiële vereniging) genaamd Thermische Analyse Werkgroep Nederland, afgekort TAWN. Deze werkgroep heeft thans bijna 300 leden, die zich vanuit zeer verschillende onderzoeksgebieden bedienen van thermische analyse (DTA, DSC, TG, TMA, DMA, etc.) en calorimetrische technieken. De TAWN is lid van de internationale organisatie op het gebied van thermische analyse en calorimetrie, de ICTAC (International Confederation for Thermal Analysis and Calorimetry).

Doel van de TAWN

Het doel van de werkgroep is het bevorderen en verspreiden van kennis en kunde op het gebied van thermische analyse en calorimetrie. Om dit doel te bereiken worden er activiteiten georganiseerd, waar de leden onderling informatie kunnen uitwisselen met betrekking tot de mogelijkheden van thermische analyse en calorimetrie bij fundamenteel en toegepast onderzoek alsmede bij kwaliteitscontrole van producten.

Activiteiten

Jaarlijks wordt een thermische analysedag (TAD) georganiseerd. Daarnaast zijn er thema(mid)dagen over speciale onderwerpen. Tijdens deze bijeenkomsten houden leden of uitgenodigde sprekers voordrachten over hun werk. De toegang is voor leden gratis. Deze bijeenkomsten bieden uitstekende mogelijkheden om contacten op te bouwen met andere onderzoekers in hetzelfde vakgebied.

Daarnaast werkt de TAWN intensief mee aan cursussen op het gebied van de thermische analyse en calorimetrie.

Een aantal maal per jaar geeft de werkgroep een blad uit, het Thermische Analyse Bulletin. Dit blad wordt gratis naar de leden gestuurd.

LIDMAATSCHAP

Het lidmaatschap van de TAWN is slechts mogelijk voor natuurlijke personen; de contributie bedraagt

€ 10,- per jaar. Opgave is mogelijk door de ingevulde aanmeldingsstrook te zenden naar de secretaris van de vereniging.

Sponsoring

Voor bedrijven en instellingen bestaat de mogelijkheid de werkgroep te sponsoren. Ook kunnen advertenties worden geplaatst in het TA-bulletin. Informatie hierover is verkrijgbaar bij de secretaris van de werkgroep of de redacteur van het TA-bulletin.

Aanmelding als lid van de TAWN

Ondergetekende geeft zich op als lid van de TAWN.

Naam: _____ Hr./Mw. Titel(s): _____ Voorletters: _____

Bedrijf/Instelling: _____

Afdeling: _____

Adres: _____

Postcode en Plaats: _____

Telefoon: _____ Fax: _____ E-mail: _____

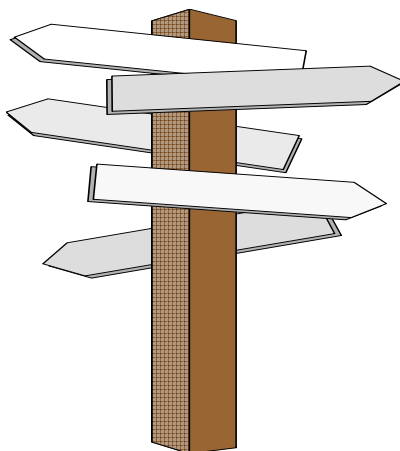
Handtekening: _____

Deze strook sturen naar de secretaris van de TAWN:

Ing. W.P. C. de Klerk
TNO-Defence, Safety and Security, location Rijswijk
BU3 - Protection, Munitions and Weapons
Department Energetic Materials
(Lifetime studies & Microcalorimetry)
P.O. box 45
2280 AA Rijswijk
The Netherlands
tel. : + 31 15 284 3580
fax : + 31 15 284 3958
e-mail : wim.deklerk@tno.nl



CONGRESSEN, SYMPOSIA, CURSUSSEN



ESTAC-10 (10th European Symposium on Thermal Analysis and Calorimetry)
Rotterdam, NL, 22.08. - 27.08.2010

**Joint International Symposium on Temperature, Humidity, Moisture
and Thermal Measurements in Industry and Science:**

[TEMPMEKO & ISHM 2010, 31.05. -04.06.2010](#)

<http://www.tempmeko-ishm.org/>

14th International Scientific Conference Polymeric Materials 2010
Halle (Saale), D, 15.09. - 17.09.2010
www.p2010.net

**31th International Thermal Conductivity Conference and 19th
International Thermal Expansion Symposium**

Chicoutimi, Canada, 03.07. - 07.07.2011

ITCC-ITES_2011@UQAC.CA

European Conference on Thermophysical Properties:

[ECTP 19, 2011, Thessaloniki, Griekenland](#)

LEDENVERGADERING TAWN

Beste TAWN-leden,
Zoals jullie weten wordt dit jaar de "10th European Symposium on Thermal Analysis and Calorimetry" (ESTAC-10) in Nederland gehouden van 22 tot 27 augustus in congrescentrum "De Doelen" te Rotterdam. Het bestuur van de TAWN is nauw bij de organisatie betrokken.

ESTAC-10 is een belangrijk internationaal congres op het gebied van thermische analyse en calorimetrie. Er zullen meer dan 225 deelnemers uit de gehele wereld participeren en meer dan 200 presentaties (lezingen of posters) worden gegeven.

Het feit dat we een zo groots evenement nu in Nederland organiseren maakt het naar de mening van het bestuur moeilijk om nog een zinvolle invulling aan onze gebruikelijke jaarlijkse "Thermische Analyse Dag" (TAD) te geven. Daarom zal er dit jaar geen TAD worden georganiseerd.

Wel moet er dit jaar natuurlijk een ledenvergadering worden gehouden. Het bestuur heeft besloten deze vergadering te houden tijdens de ESTAC-10, op donderdag 26 augustus 2010 van 17:15 tot 18:00 uur. De vergadering vindt plaats in één van de zalen van het "Willem Burger Kwartier" in congrescentrum "De Doelen", met een eigen ingang aan het Kruisplein. Voor een route-beschrijving naar en nadere informatie over "De Doelen" kunt u kijken op de website "<http://www.dedoelen.nl/congresgebouw/index.php>".

Alle leden van de TAWN zijn van harte uitgenodigd om de ledenvergadering bij te wonen. Hiervoor worden natuurlijk geen kosten in rekening gebracht. Wij hebben besloten dat de TAWN-leden die deelnemen aan de ledenvergadering gratis kunnen participeren in het middagprogramma van ESTAC-10 op donderdag 26 augustus. Dit programma start om 13:30 uur en duurt tot 17:15 uur, waarna direct aansluitend de ledenvergadering plaatsvindt. Dit ESTAC middagprogramma bestaat uit 3 parallelsessies van elk 4 lezingen en een postersessie. Aan het definitieve programma wordt nog gewerkt. U kunt informatie bekijken op de ESTAC-10 website: <http://www.estac10.nl>. Als u de ledenvergadering wilt bijwonen en van dit aanbod gebruik wilt maken dient u zich aan te melden door een e-mail te sturen naar wim.deklerk@tno.nl.

Als TAWN-lid kunt u ook één gehele dag het ESTAC-programma volgen (op 26 augustus of een andere dag); hiervoor verwijzen wij u naar de speciale optie "dag-deelname" voor TAWN-leden, zie <http://home.wanadoo.nl/tawn>. De prijs voor een "dag-deelname" (incl. lunch) is € 175 (excl. BTW). Hiervoor dient u zich te registreren via de ESTAC-10 website (<http://www.estac10.nl>) en bij "remarks" aan te geven dat het een "dag-deelname" betreft.

Wij hopen veel leden te mogen begroeten op donderdag 26 augustus en hopen u met dit aanbod een passend alternatief te bieden voor het gemis van de TAD dit jaar.

Vriendelijke groeten,
Paul van Ekeren, voorzitter.

Agenda
Ledenvergadering van de TAWN

Datum: donderdag 26 augustus 2010
Tijd: 17:15 – 18:00 uur
Plaats: Willem Burger Kwartier, congrescentrum "De Doelen",
Kruisplein, Rotterdam

- 1** **Opening door de voorzitter**
- 2** **Verslag van vorige ledenvergadering**
- 3** **Jaarverslag**
- 4** **Financieel jaaroverzicht 2009**
- 5** **Benoeming nieuwe kascommissie voor 2010**
- 6** **Thermische Analyse Bulletin en website**
- 7** **TAWN Reisbeurzen voor jonge onderzoekers**
- 8** **Samenstelling bestuur**
De heren De Klerk en Van den Mooter zijn aftredend; beiden stellen zich herkiesbaar.
Omdat wordt verwacht dat binnenkort één of meer bestuursleden zullen aftreden stelt het bestuur u voor om de heer Vanden Poel te benoemen als lid van het bestuur.
- 9** **ESTAC-10**
- 10** **Rondvraag**
- 11** **Sluiting door de voorzitter**

Indien u de ledenvergadering wenst bij te wonen dient u zich aan te melden per e-mail naar wim.deklerk@tno.nl. U bent dan ook welkom om op 26 augustus vanaf 13:30 het middagprogramma van de ESTAC-10 bij te wonen.

Voor een routebeschrijving naar "De Doelen" kunt u kijken op:
<http://www.dedoelen.nl/congresgebouw/index.php>.
Voor nadere informatie over ESTAC-10: <http://www.estac10.nl>.

Ledenvergadering van TAWN d.d. 28-november-2008 te Vught (NL)

De ledenvergadering werd bijgewoond door 17 leden en 4 bestuursleden.

1. *Opening door de voorzitter*

De voorzitter opent de ledenvergadering om 15.30 uur, en heet alle aanwezigen welkom.

2. *Verslag van vorige ledenvergadering (30-november-2007)*

Het verslag van de ledenvergadering gehouden te Marknesse is door omstandigheden niet opgenomen in het bulletin. Afgesproken wordt deze zsm in het TA bulletin te publiceren.

3. *Jaarverslag van de voorzitter*

De voorzitter van de TAWN, de heer P.J. van Ekeren, doet op de gebruikelijke wijze verslag van de gebeurtenissen van het afgelopen verenigingsjaar, vanaf de TAD-2007 tot op heden. Het aantal leden is gedaald naar net onder de 180 leden. In de afgelopen periode is het TAB 4 maal verschenen.

Bij het controleren van de administratie is gebleken dat een aantal leden niet te bereiken zijn, dit vanwege verhuizing danwel veranderen van werkgever, waarbij dan geen wijziging wordt doorgegeven. Als bestuur zijn we bezig met de organisatie van de ESTAC-10, waarbij de benodigde aandacht toeneemt. Het bestuur is verheugd dat het mogelijk is om een reisbeurs uit te reiken.

het volledige verslag van de voorzitter wordt in het bulletin opgenomen.

Dhr. P.J. van Ekeren bedankt de sponsors en de werkgevers van de bestuursleden. Er zijn geen verdere op- of aanmerkingen.

4. *Financieel jaaroverzicht 2007 / Benoeming nieuwe leden kascommissie*

Het verslag werd besproken. De verslaglegging was akkoord. Het verslag is gepubliceerd in het TAB. Over 2007 is een positief resultaat bereikt, mede daar het jaarlijkse bestuursetentje is komen te vervallen. Voor 2008 wordt een ander overzicht verwacht, mede vanwege het uitreiken van de reisbeurs. De kascontrolecommissie geeft bij name van dhr Berden aan dat de financiële zaken zaten goed in elkaar, en het was duidelijk weergegeven. De voorzitter, dhr P. van Ekeren stelt voor om de penningmeester decharge te verlenen. De vergadering gaat hiermee akkoord.

De nieuwe kascontrolecommissie bestaat uit dhr. R. Hoekstra en dhr. K. Schaap.

5. *Internationale contacten en bijeenkomsten*

In augustus is de ICTAC geweest in Sao Pedro in Brazilië. Hier is ook de laatste stand van zaken betreffende de ESTAC toegelicht. In de council is er gesproken over de nomenclatuur, deze zal gepubliceerd worden in de boeken van Elsevier, deel 5. Daar dat voor de leden niet zo gemakkelijk bereikbaar is, wordt er afgesproken dat een vertaalde versie in het bulletin wordt opgenomen. In principe is de nomenclatuur commissie klaar. Er is besloten dat er een nieuwe commissie komt, waarvan dhr. P. van Ekeren de

'kar' gaat trekken. Ook in de standaardisatie commissie is een leemte, en dhr. P. van Ekeren gaat bekijken of deze twee commissies gecombineerd kunnen worden.

De ICTAC werkgroep inzake kinetiek en levensduur gaat een round-robin opzetten, om zodoende testen met elkaar te kunnen vergelijken, trekker hiervan is dhr. W. de Klerk.

6. *TA-bulletin en website van TAWN*

Dhr. M. Pijpers (redacteur) merkt op dat de respons vanuit de leden en het aandragen van stukjes voor het TAB zeer beperkt is. Ondanks dat lopende advertenties verder door.

De website wordt aangepast, en makkelijker bereikbaar gemaakt middels een domainnaam.

Voor de polymeren is de vakredacteur dhr. V. Mathot, reactieve chemie – dhr. R. Hoekstra, energetische materialen – dhr. W. de Klerk. De komende periode worden nog een aantal vakredacteurs benaderd.

7. *Thermische Analyse Beurzen*

Dit jaar is de eerste reisbeurs uitgereikt, en hopelijk is dat in de toekomst meer mogelijk.

8. *Samenstelling bestuur*

De heren P. van Ekeren en M. Pijpers zijn aftredend. Beide bestuursleden stelden zich herkiesbaar. Vanuit de aanwezigen waren er geen tegenkandidaten, zodat de beide bestuursleden met een applaus voor een nieuwe periode van 3 jaar worden herkozen.

9. *Rondvraag*

Vanuit de aanwezigen zijn geen vragen en/of opmerkingen.

10. *Sluiting*

Om ca. 16.20 uur sluit de voorzitter deze TAWN-ledenvergadering met dank aan alle aanwezigen.

@@

Ledenvergadering van TAWN d.d. 24-november-2009 te Noordwijk

De ledenvergadering werd bijgewoond door 33 leden en 6 bestuursleden.

11. *Opening door de voorzitter*

De voorzitter opent de ledenvergadering om 16.30 uur, en heet alle aanwezigen welkom.

12. *Verslag van vorige ledenvergadering (28-november-2008)*

Het verslag van de ledenvergadering gehouden te Vught is door omstandigheden niet opgenomen in het bulletin, maar wordt ter vergadering uitgereikt. Afgesproken wordt deze tevens in het TA bulletin te publiceren.

Ook worden de notulen van 2006 en 2007 bij dit agendapunt meegenomen. Door dhr. P. Luksemburg wordt het punt van leden van fabrikanten in het TAWN bestuur nog aangehaald. Door de aanwezigen wordt besloten dat er geen bezwaar bestaat tegen het plaatsnemen van leden van fabrikanten in het bestuur.

De promotieflyer is inmiddels verspreid. Door de aanwezigen worden de notulen van 2006, 2007 en 2008 goedgekeurd.

13. Jaarverslag van de voorzitter

De voorzitter van de TAWN, de heer P.J. van Ekeren, doet op de gebruikelijke wijze verslag van de gebeurtenissen van het afgelopen verenigingsjaar, vanaf de TAD-2008 tot op heden. Het aantal leden is gedaald naar 167 leden, de daling heeft zich tov andere jaren doorgezet. Het streven is het de komende jaren weer te laten stijgen mede met hulp van de fabrikanten. In de afgelopen periode is het TAB 4 maal verschenen.

Het bestuur heeft in het te verantwoorden jaar een reisbudget uitgereikt.

Voor 2009 is er geen sponsor, echter ook geen kandidaat. Het bestuur gaat zich beraden hoe in de toekomst mee om te gaan.

Er is geprobeerd een DSC cursus op te starten, echter vanuit zowel de leden als de fabrikanten was er weinig interesse. Het geheel is verschoven naar een later moment.

Het volledige verslag van de voorzitter wordt in het bulletin opgenomen.

Dhr. P.J. van Ekeren bedankt de sponsors en de werkgevers van de bestuursleden. Er zijn geen verdere op- of aanmerkingen.

14. Financieel jaaroverzicht 2008

Het verslag werd besproken. De verslaglegging was akkoord. Het verslag is gepubliceerd in het TAB-96. Over 2008 is een licht negatief saldo bereikt.

15. Kascontrole & Benoeming nieuwe leden kascommissie

De kascontrolecommissie is niet voor een controle geweest, het resultaat van een spoedige controle wordt in het bulletin opgenomen. De huidige kascontrolecommissie bestaande uit dhr. R. Hoekstra en dhr. K. Schaap blijft nog een jaar in functie.

16. TA-bulletin en website van TAWN

Dhr. M. Pijpers (redacteur) merkt op dat de respons vanuit de leden en het aandragen van stukjes voor het TAB zeer beperkt is. Ondanks dat lopende advertenties verder door. Het instellen van de correspondenten een aantal jaren terug heeft weinig effect opgeleverd, helaas.

17. Thermische Analyse Beurzen

Deze is in 2008 uitgereikt, het bestuur hoopt op meerdere voorstellen/aanvragen.

18. Samenstelling bestuur

De heren G. Hakvoort en A. Witteveen zijn aftredend. Beide bestuursleden stelden zich herkiesbaar. Vanuit de aanwezigen waren er geen tegenkandidaten, zodat de beide bestuursleden met een applaus voor een nieuwe periode van 3 jaar worden herkozen.

Wel is het bestuur op zoek naar nieuwe bestuursleden, en heeft dhr. G. Vanden Poel aangegeven interesse te hebben. Hiervoor stelt het bestuur voor dhr. G. Vanden Poel een jaar als aspirant bestuurslid mee te laten werken, ook in het zicht van de extra activiteiten gekoppeld aan de organisatie van ESTAC-10. Indien het wederzijds goed bevalt, is het voorstel dhr. G. Vanden Poel op de Ledenvergadering van 2010 te benoemen als bestuurslid.

19. ESTAC

De voortgang van het te organiseren congress in 2010 wordt middels een separate presentatie aangegeven. Na afloop van de presentatie kwam wel de vraag van de leden hoe om te gaan met eendaagse bezoeken, evenals de optie van een bedrijvenpas. Beide opties worden meegenomen in de verdere stappen.

20. Rondvraag

Vanuit de aanwezigen zijn geen vragen en/of opmerkingen.

21. Sluiting

Om ca. 17.00 uur sluit de voorzitter deze TAWN-ledenvergadering met dank aan alle aanwezigen. Na de vergadering wordt er door dhr. W. de Klerk een status presentatie inzake ESTAC-10 (in 2010 in Nederland) gegeven.

ESTAC 10

ESTAC-2010 Sessions per day (draft)

		Room 1	Room 2	Room 3
Monday	morning	Polymers	Nanomaterials	Thermochemistry
	afternoon	Pharma	Instrumentation	Energetic Materials
Tuesday	morning	Metastability	Nanomaterials	Earth Science
	afternoon	Metastability	Kinetics	Geoscience
Wednesday	morning	Instrumentation	Polymers	Thermochemistry
	afternoon	---	---	---
Thursday	morning	Instrumentation	Energetic Mat	Environm/Fuels
	afternoon	Polymers	Kinetics	Pharma
Friday	morning	Kinetics	Biopolymers	???
	afternoon	---	---	---

Poster Monday afternnon
Thursday afternoon

21-July-2010, WdK

Program

Sunday

09.00 - 17.00 Different board / comm meetings

14.00 - 17.30 Registration at the conference venue in Rotterdam

17.30 - 19.30 Reception at the conference venue in Rotterdam

Monday

07.45 - 09.00 Registration

09.00 - 17.00 Openings ceremony and scientific program

18.30 - 20.00 Reception at Rotterdam City Hall

Tuesday

08.45 - 17.00 Scientific program

Wednesday

08.45 - 12.30 Scientific program

14.00 Photograph

14.30 - 17.30 Excursion 'Boattour through harbour of Rotterdam'

Thursday

08.45 - 17.00 Scientific program

19.30 - 23.30 Conference dinner St. Laurens Church in Rotterdam

Friday

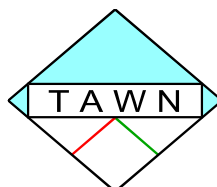
08.45 - 12.00 Scientific program

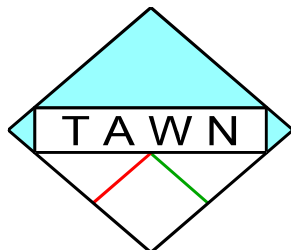
12.00 - 12.30 Closing of conference

Poster sessions

Monday 14.30 - 16.00

Thursday 14.30 - 16.00





Cursus Thermische Analyse met nadruk op praktische handelingen

Wij zijn voornemens om op 8,9 en 10 december 2010 (bij DSM Resolve in Geleen) een nieuwe cursus Thermische Analyse met nadruk op praktische handelingen te organiseren.

In 2005 werd voor het laatst de uiterst succesvolle cursus "DSC-cursus met nadruk op praktische handelingen" georganiseerd. Geregeld krijgen wij vragen of er binnenkort weer een cursus wordt gegeven zodat het erop lijkt dat er weer voldoende belangstelling is om binnenkort weer een cursus te organiseren.



Het is waarschijnlijk dat de opzet van de cursus iets zal wijzigen ten opzichte van de eerder gegeven cursussen. Mogelijk zal naast DSC ook TGA worden behandeld. Wat in ieder geval blijft is dat het een onafhankelijke cursus is waarbij korte theoretische inleidingen worden gevolgd door het in groepjes uitvoeren van thermische analyse experimenten en het interpreteren van de meetcurven.

Belangstellenden worden verzocht om contact op te nemen met Paul van Ekeren, voorzitter TAWN (e-mail: Paul.vanEkeren@tno.nl; tel. 015-2843280).

Volgende nu volgende artikelen zij bijdragen van firma's en vallen buiten de verantwoordelijkheid van de redactie.



Flash DSC introductie op de ESTAC-10.

Op de ESTAC -10 van 22- 27 Augustus in de Doelen in Rotterdam, introduceert Mettler-Toledo de nieuwe fast DSC onder de naam Flash DSC1.

Een hele nieuwe ontwikkeling waarbij de energieoverdracht wordt gemeten tijdens zeer snelle verwarming en afkoelprofielen, tot een maximale opwarmsnelheid van 2.400.000 K/min.

Voordeel van deze techniek is, naast dat ze zeer snel is, om reorganisatie processen in het materiaal te vermijden.

Er wordt gebruik gemaakt van een chip sensor, die het mogelijk maakt om de kinetiek van extreem snelle reactie processen te bestuderen.

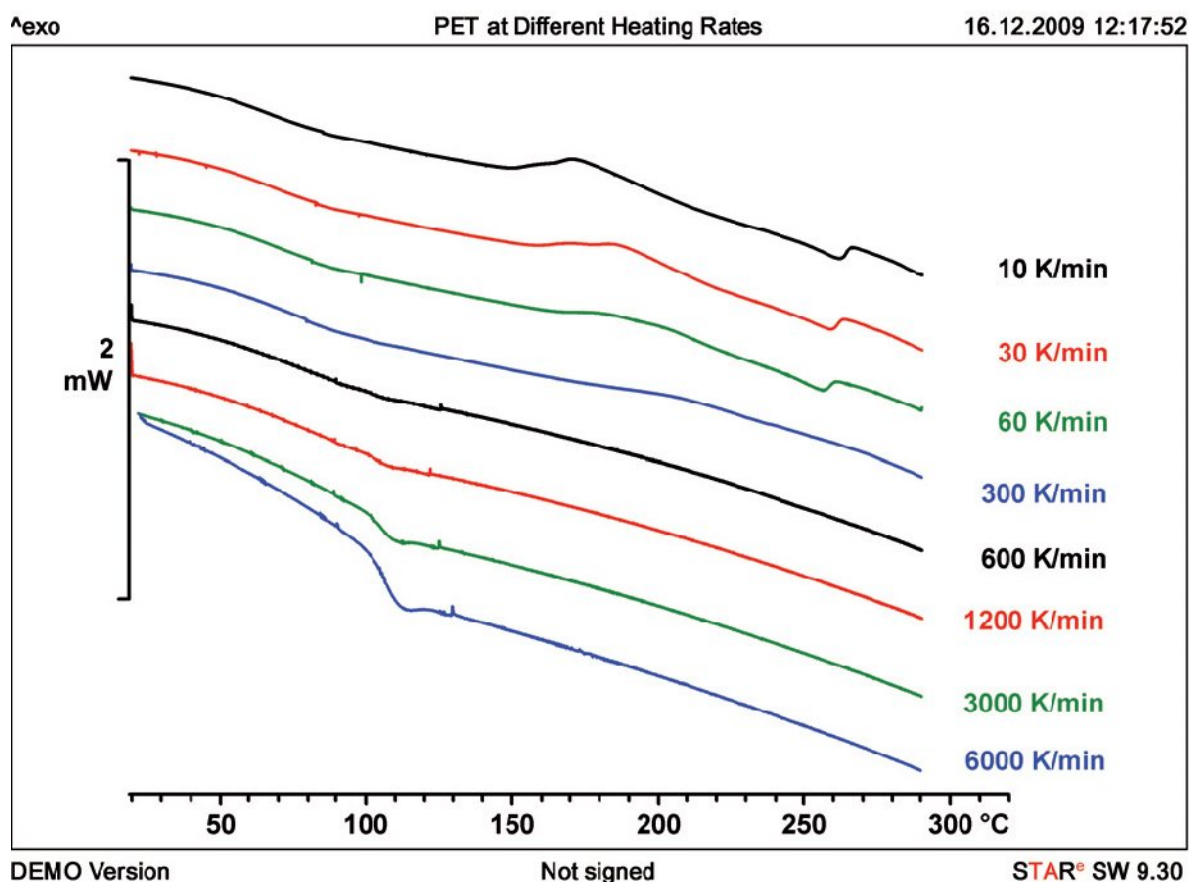
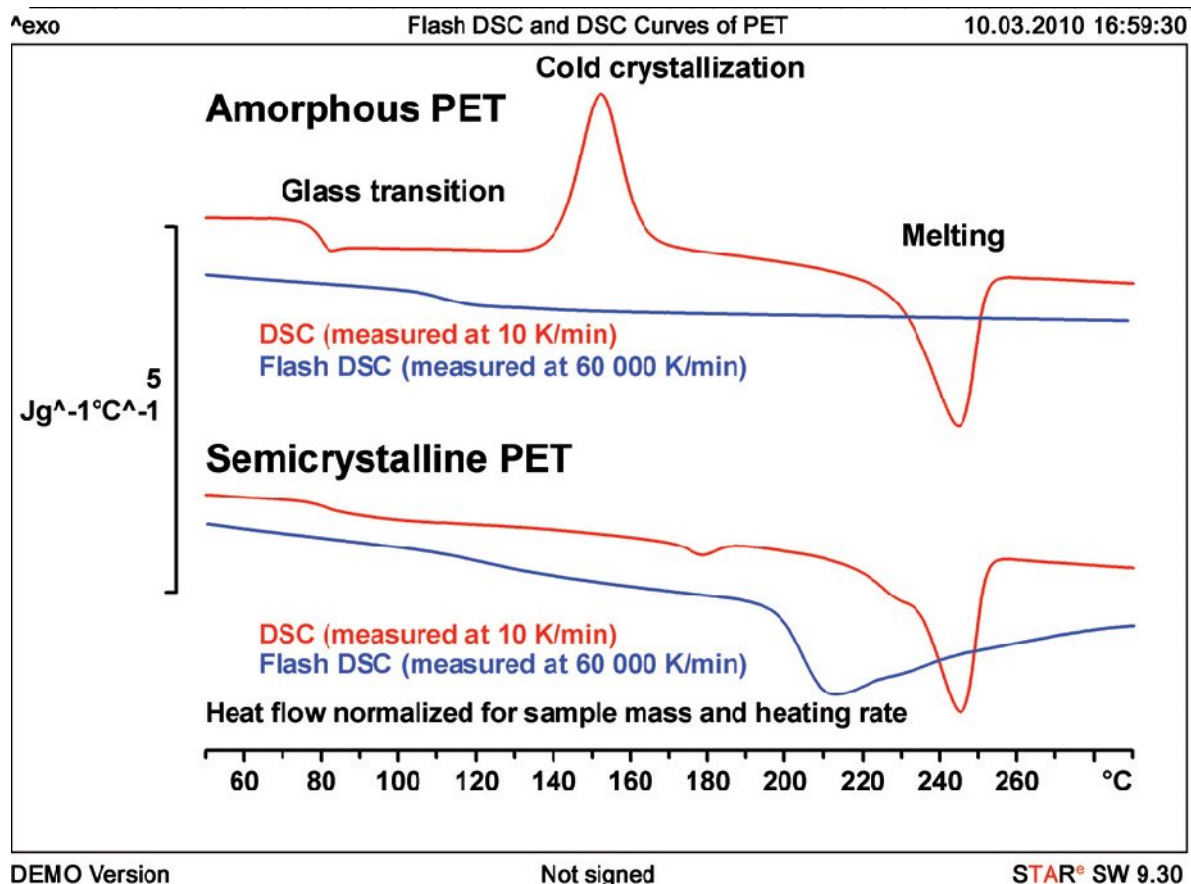
Deze chip sensor heeft ook een zeer hoge gevoeligheid die ook gebruikt kan worden bij lage opwarmsnelheden zoals bij de conventionele DSC techniek.

Temperatuur gebied van -90°C. – 450°C.

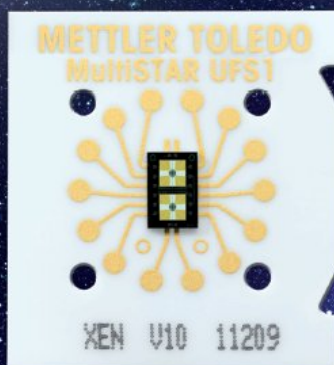
Monster voorbereiding is erg gebruikers vriendelijk waarbij gebruik gemaakt wordt van een microscoop om de functionaliteit te vergroten.

Voor verdere inlichtingen en interesse neemt contact op met ons Mettler-Toledo Benelux Team.

Philippe Larbanois,
Hay Berden.



Faster Than You Can Imagine



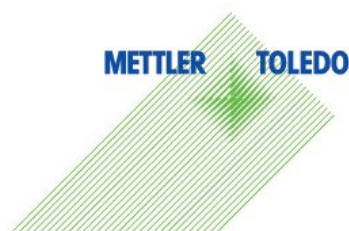
DSC at heating rates of up to 2,400,000 K/min
opens up new frontiers in materials characterization

Introducing the Flash DSC 1

The Flash DSC 1 represents a quantum leap in Thermal Analysis technology and revolutionizes fast-scanning DSC. Its incredibly high heating and cooling rates enable it to analyze reorganization processes that were previously impossible to measure. The Flash DSC 1 is the ideal complement to conventional DSC.



► www.mt.com/ta



Advertentie Mettler

The Flash DSC1: First Findings

**Vincent Mathot¹, Sander van Herwaarden², Floor van Herwaarden²,
Thomas Kehl³, Archi Leenaers⁴**

¹SciTe, Geleen, The Netherlands; ²Xensor Integration, Delfgauw, The Netherlands;

³Mettler-Toledo, Greifensee, Zürich, Switzerland; ⁴Anatech, Sittard, The Netherlands

Introduction

As is well known, thermal history – especially cooling and heating rates – and sample / product treatment can change the behavior of materials and products drastically, influencing end properties. Experimentally it is a challenging and very demanding job to realize fast, controlled cooling at constant rates higher than typical rates of Standard DSC, which are centered on approximately 10 °C/min. In the past decade this challenge has been met by realization of break-throughs via the development of various Fast Scanning Calorimeters (FSC).

One of the breakthroughs was the introduction of High Performance DSC (HPer DSC; high performance meaning higher scan rates and still quantitative operation) [i,ii,iii,iv]. It has been promoted commercially since then by PerkinElmer (the HyperDSC, up to 750 °C/min [v]) and recently also by TA Instruments (the RHC, up to 2000 °C/min) [vi]. One of the great benefits of HPer DSC is that it can mimic most of the cooling rates used in processing.

Another break-through was the development of extremely fast-operating chip-calorimeters, as described in papers by Allen et al and by Schick et al, see e.g. [vii,viii] and references therein.

In line with this trend, the Mettler-Toledo Flash DSC1, see Fig. 1, as developed by a consortium¹, aims at fulfilling the needs of research groups at both industrial and university laboratories. The emphasis was put on realization of a reliable system with interesting specifications, rather than on maximizing the scan rate. Nevertheless, the system is capable to operate from very low (partly overlapping existing DSCs) to appreciable high cooling and heating rates and extends in that way the operating window of existing DSCs to 6 decades. In this way research groups will have access to a huge range of scanning rates as constituted by Standard DSC, HPer DSC and (Ultra-)FSC.

The capabilities of the Flash DSC1 have been explored and will be demonstrated by way of a few examples.

Experimental

The temperature range of the Flash DSC1, see Fig. 1, with intracooler is approximately -90 to 450 °C. The scan rate range specification is 1 to 1000 °C/s (however, rates of 10,000 °C/s and even higher have been realized) by which overlap with Standard DSC and HPer DSC is realized. Sample mass is to be

¹ Anatech B.V., Sittard, the Netherlands; Mettler-Toledo AG, Greifensee, Zürich, Switzerland; SciTe B.V., Geleen, the Netherlands, Xensor Integration B.V., Delfgauw, the Netherlands

© 2010 SciTe B.V. All rights reserved.

taken in between approximately 20 ng and 1 µg, for which a microscope is a necessity to facilitate sample handling. The STARe software has been adjusted to the capabilities of the Flash DSC1. A special construction enables sample preparation / exchange with no condensation and icing with the intracooler switched on, even at a set-point of -100 °C.



Fig. 1. The Flash DSC1 with microscope and connection to the intracooler

In Fig. 2 the developed sensor and the chip with the sample area and reference area are shown. The chip ($5.0 \times 3.3 \times 0.3 \text{ mm}^3$) on the UFS1 ceramic base plate has two membranes with each a 0.5 mm $\varnothing$ area, one for the sample and one as the reference site. The two silicon-nitride/oxide membranes $1.6 \times 1.6 \text{ mm}^2$ of approximately $2 \text{ }\mu\text{m}$ thickness are suspended in a $300 \text{ }\mu\text{m}$ thick silicon frame. The (relatively) large sample area of 0.5 mm diameter is largely coated with aluminum to achieve a homogeneous temperature distribution. An 8-thermocouple polysilicon thermopile measure the temperature elevation of the sample area with respect to the silicon frame, which acts as heat sink. Each sample area has two heater resistances, a main heater for realizing the general temperature scan program and a compensation heater to allow operation in power compensation mode.

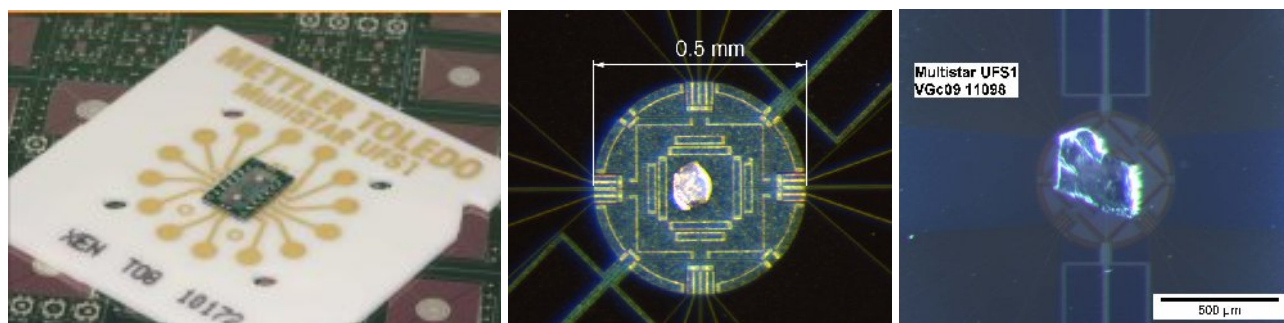


Fig. 2. Flash DSC1 removable sensor (left); details (middle); and sample on the spot (right)

Results and discussion

Instrument performance

Fig. 3 shows excellent reproducibility of measurements on cooling and heating of a polypropylene sample on a (removable) sensor under various conditions. The 4 conditions shown all lead to curves which are undistinguishable from each other. This remarkable feature facilitates possible re-measurement of the sample at the same or at different conditions at a later time: thus an unique, archivable sensor-sample system has been realized².

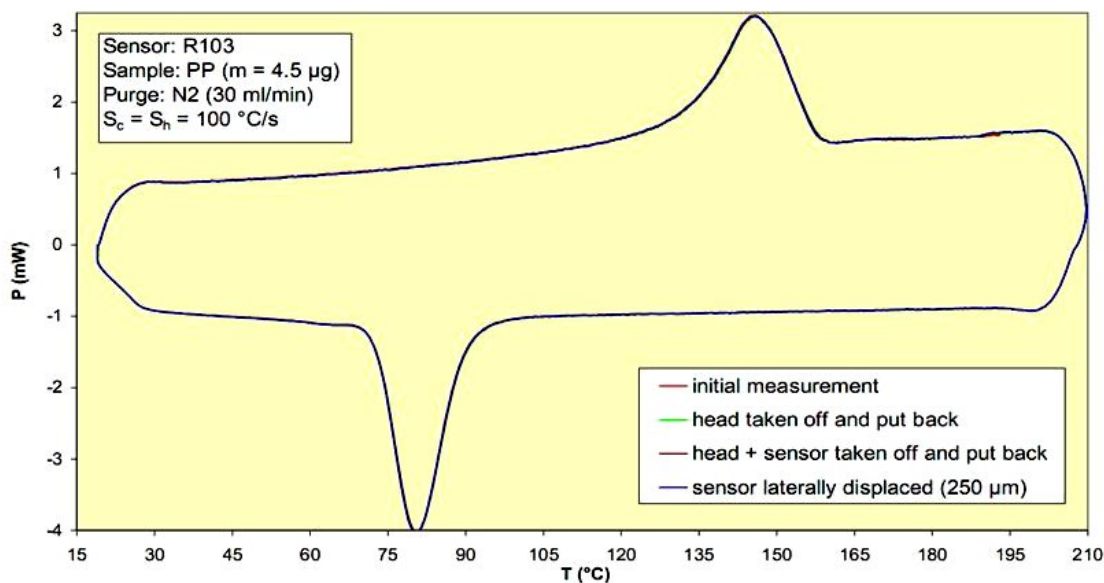


Fig. 3. Performance of the Flash DSC1: reproducibility of measurements shown for a polypropylene at 100 °C/s in cooling and in heating, under various conditions [ix]

As for all DSCs, it is of interest to check (if possible!) whether the ‘sample’ temperature – as approximated by a as-close-as-possible temperature sensor – equals the ‘program’ temperature. Depending on the ‘thermal’ design of the specific system and specifically the cooling capacity; the temperature range; the cooling rate; the purge gas etc., deviations range from moderate to appreciable.

For the Flash DSC1, in case of cooling at 1000 °C/s, the program temperature and the sample temperature as function of time coincide almost at all temperatures: with decreasing temperatures the sample temperature deviates increasingly from the program temperature only from approximately -60 °C downwards. It guarantees a constant cooling rate from the start (high) temperature down to approximately -60 °C. Heating at 100 °C/s does not give any deviation as expected.

² With the commercial instrument it is not possible to displace the sensor: it is fixed

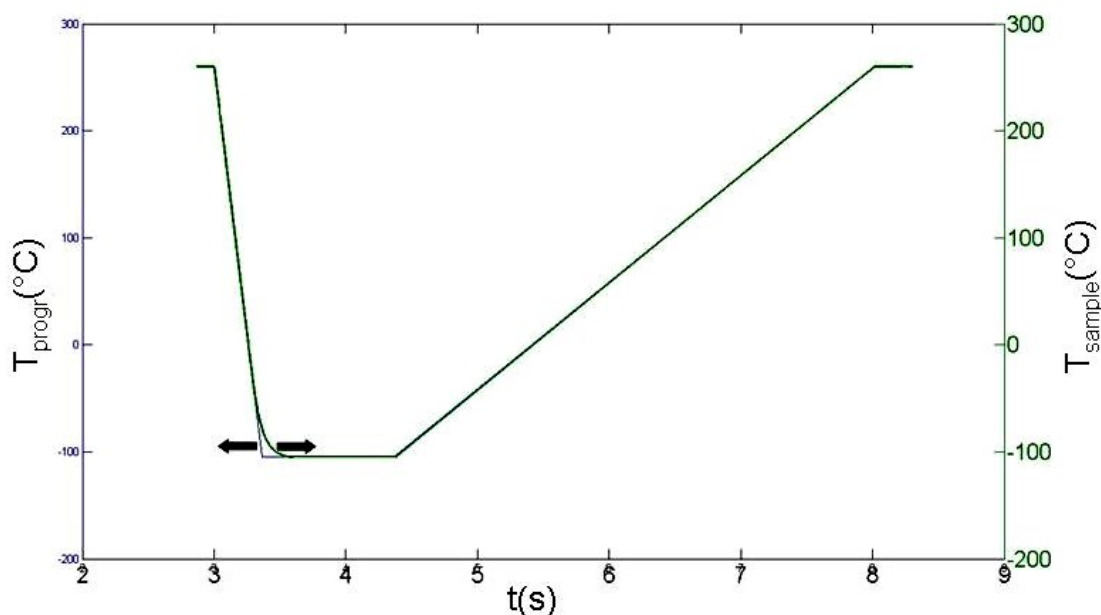


Fig. 4. Performance of the Flash DSC1: program and sample temperatures as function of time for cooling at 1000 °C/s and heating at 100 °C/s [x]

Applications

Thermal fractionation of an Ethylene-propylene copolymer

Thermal fractionation by the Successive Self-nucleation and Annealing (SSA) procedure [xi], by annealing at various temperatures, usually leads to multiple peaks in the heating curve as related to the temperatures chosen and the time spent at these temperatures. Thermal fractionation is being used to map the sensitivity of the sample towards annealing in order to try to make conclusions about the correlation with molecular structure on one hand and properties on the other, and as such can contribute to the study of the metastability of polymers.

To get the multiple peaks well separated from each other is not trivial in case the annealing temperatures are close to each other. Even more so at high scanning rates due to increased thermal lag. A study applying high rates in thermal fractionation has been performed before [xi, xii], using HPer DSC (in [xii] a PerkinElmer Diamond HyperDSC in HDRM, with liquid Nitrogen cooling and Helium purge gas has been used). The peaks resulting from annealing were still visible at a heating rates up to 200 °C/min, meaning that the resolution of separate peaks, close to each other with respect to temperature, is not obscured ('smeared') by the fast (fast for such a 'big' cell) heating rate.

As an example the result by 'Thermal fractionation' with one annealing step will be discussed for a homogeneous ethylene-propylene copolymer. This type of polymer is difficult to study because of the wide temperature ranges of crystallization and melting. The present sample, see Fig. 5, crystallizes on cooling at 100 °C/s, starting at approximately 55 °C, and continues to do so into the glass transition, the vitrification starting at approximately -30 °C. On heating it starts melting on devitrification, which process ends at approximately 110 °C.

The sample temperature-time ramps were performed, see Fig. 5, all at 100 °C/s, as follows: the thermal history was removed by a 1st heating to 150 °C, and a new one prepared by a 1st cooling to -105 °C and a waiting time of 1 min. Then the sample was heated to an annealing temperature (here 65 °C, see curve, was chosen) and hold isothermally for a time (here 10 s), cooled down to -105 °C, see curve, heated to 150 °C, see curve, and finally cooled to -105 °C, see curve. As a result of the annealing step at 65 °C, the last heating curve has become double peaked, with peaks having approximately the same intensity. By varying the annealing temperatures and the number of annealing's, not only the temperatures and number of the peaks will change but also their intensities. What we see is a drastic change of the shape of the melting point distribution over approximately 25 °C.

Such an annealing process can 'locally' (those crystallites that - at the annealing temperature - are vulnerable to changes as function of time, are obviously not stable enough to stay unaffected) change the morphology with respect to crystal dimensions and perfection. As a result a melting temperature 'valley' and a melting peak ('hill') arises approximately 10 and 15 °C respectively above the annealing temperature. After the annealing process, the small peaks seen in the final heating curve reflect the resulting changes in morphology and crystallinity as a function of temperature. Thus, the annealing at different temperatures in the melting region can change the melting behavior specifics of copolymers such as the present sample and products thereof.

The present measurements and additional data [x] show that for the Flash DSC1 the resolution with respect to the temperature is maintained at a heating rate of 100 °C/s at the least. The fact that the reproducibility is excellent, see the curves coinciding perfectly at the lower and the higher temperatures of the measuring range, is of great help.

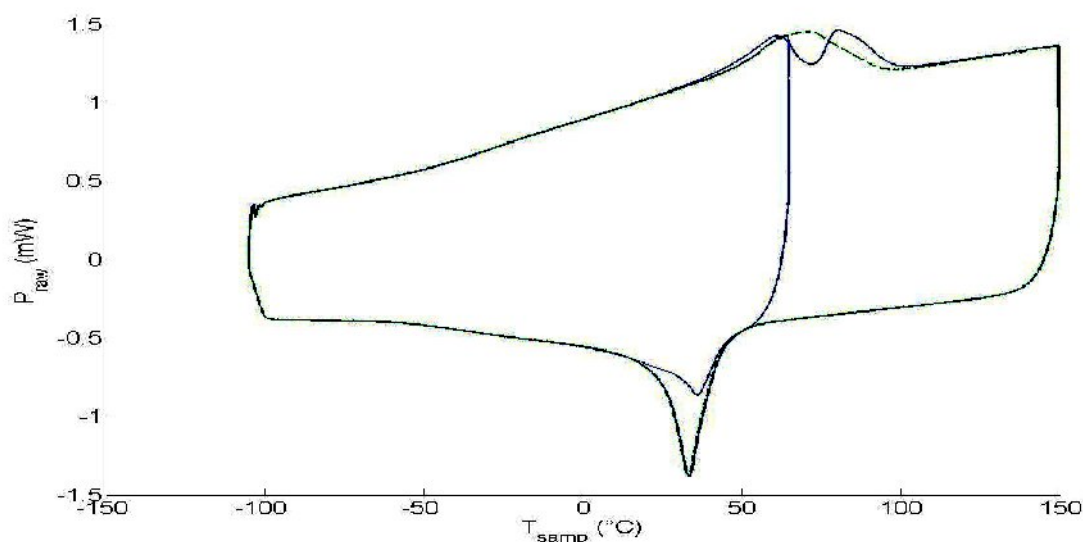


Fig. 5. Cooling and heating at 100 °C/s and influence of annealing at 65 °C on the melting behavior of the ethylene-propylene copolymer [xiii]

'Hot' and 'cold' crystallization of Polyethylene glycol (PEG 6000)

Fig. 6 presents measurements on a PEG 6000 sample showing transitions at quite low temperatures which temperatures pose a challenge in case of high scan rate studies. During cooling from the melt 'hot' crystallization takes place followed by vitrification around -73 °C (see the

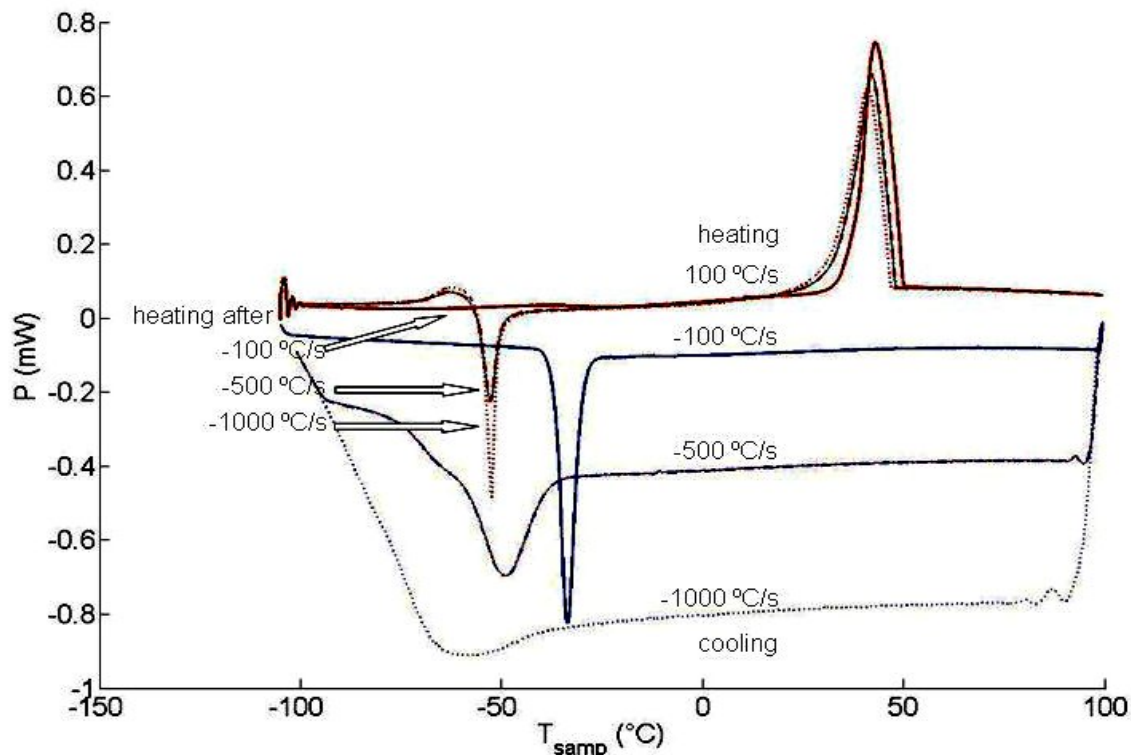


Fig. 6. PEG 6000 cooling at rates of 100, 500 and 1000 °C/s and subsequent heating curves at 100 °C/s

500 °C/s cooling curve) while subsequent heating from the lowest temperatures after cooling at 500 and 1000 °C/s show 'cold' crystallization, the more so the higher the cooling rate, and finally melting.

In the Figure, for each cooling rate a temperature can be located for which the limit of the cooling capacity has been reached. This is the reason for the sample temperature not following the program temperature anymore, by which the cooling rate is not constant anymore like in Fig. 4. In heating such a deviation does not occur. These 'limiting' temperatures are, approximately, -90 and -65 °C in case of cooling at 500 and 1000 °C/s respectively. It is also seen that it causes the signal, P, to follow a common envelope. So, clearly, cooling at 1000 °C/s is maintained down to approximately -65 °C while below that temperature the cooling rate will gradually be lower. Even though, from the higher intensity of the subsequent cold crystallization peak after cooling at 1000 °C/s compared to the intensity of the peak after cooling at 500 °C/s, it is obvious that the 1000 °C/s rate is still quite effective.

Conclusions

The measurements show an excellent reproducibility for a sensor-sample combination. Clearly, the Flash DSC1 is quite capable to perform quantitative

measurements of kinetics of processes like crystallization and melting, with the opportunity of applying a large variation of scanning rates.

Research on substances and materials like polymers will benefit from this capability, the more so because the lowest scanning rates overlap with those of Standard DSC / HPer DSC. Using the full spectrum of scan rates provides crucial information on key-issues like crystallizability; reorganization phenomena, processing issues, practice-relevant temperature-time ramps etc. Thus, with the new Flash DSC1, a combination of Standard DSC; HPer DSC and FSC is realized which covers a huge range of scan rates across interesting temperature ranges in a complementary way.

Acknowledgement

The authors express their appreciation for the outstanding work done by: U. Esser; J. Schawe, T. Hütter, U. Joerimann (Mettler Toledo, Switzerland); E. van de Kerkhof, P. van Grinsven, T. Wijffels (Anatech, the Netherlands); E. Iervolino (Xensor Integration, the Netherlands); G. Vanden Poel, A. Sargsyan (DSM Resolve, the Netherlands); M. Pyda, T. Pijpers (SciTe, the Netherlands). Support for SciTe from the FP7 CSA project "NaPolyNet", see www.napolynet.eu, is appreciated.

References:

- ¹ M.F.J. Pijpers, V.B.F. Mathot, B. Goderis, R.L. Scherrenberg and E.W. van der Vegte, *Macromolecules*, 35(9) (2002) 3601.
- ¹ V.B.F. Mathot, G. Vanden Poel, T.F.J. Pijpers: Chapter 8, "Benefits and Potentials of High Performance Differential Scanning Calorimetry (HPer DSC)" in Volume 5: "Recent Advances, Techniques and Applications" (Editors: Michael Brown & Patrick Gallagher); *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry* (Series Editor: Patrick Gallagher), 2008, p.269-297.
- ¹ V.B.F. Mathot, G. Vanden Poel and T.F.J. Pijpers, *American Laboratory*, 38(14) (2006) 21: downloadable for free from the website of SciTe B.V.: www.scite.eu.
- ¹ See www.scite.eu and also the webcasts by V.B.F. Mathot, downloadable for free through this website.
- ¹ See the website of PerkinElmer: www.hyperdsc.com.
- ¹ R.L. Danley, P.A. Caulfield and S.R. Aubuchon, *American Laboratory*, 40(1) (2008) 9.
- ¹ M.Y. Efremov; J.T. Warren, E.A. Olson, M. Zhang, A.T. Kwan, L.H. Allen, *Macromolecules*, 35(5), 1481 (2002); M.Y. Efremov, E.A. Olson, M. Zhang, S.L. Lai, F. Schiettekatte, Z.S. Zhang and L.H. Allen, *Thermochim. Acta*, 412, (2004) 13.
- ¹ A.A. Minakov and C. Schick, *Rev. Sci. Instrum.* 78(7) (2007);
- ¹ E. van de Kerkhof, V. Mathot, unpublished results
- ¹ M. Pijpers, V. Mathot, unpublished results
- ¹ A.J. Müller, M.L. Arnal, *Prog. Polym. Sci.* 30 (2005) 559-603.
- ¹ T. Pijpers, V. Mathot, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 93 (2008), 319.
- ¹ M. Pyda, V. Mathot, unpublished results.



<http://www.gefta.org>

<http://www.benelux-scientific.nl/>

<http://www.perkinelmer.com/>

<http://www.linseis.net/>

<http://www.instrument-specialists.com/>

<http://www.tainstruments.com/>

<http://www.mt.com>

<http://www.shimadzu.com/products/>

<http://www.netzsch.com/>

<http://www.thermal-instruments.com/>

<http://www.labexchange.com/>

<http://www.prz.rzeszow.pl/athas/>

<http://home.wanadoo.nl/tawn/home.htm>

<http://afcat.org/>

<http://www.thass.net/>

<http://www.technex.nl/>

<http://www.scite.nl/>

<http://www.thermalmethodsgroup.org.uk>

www.ankersmid.com/

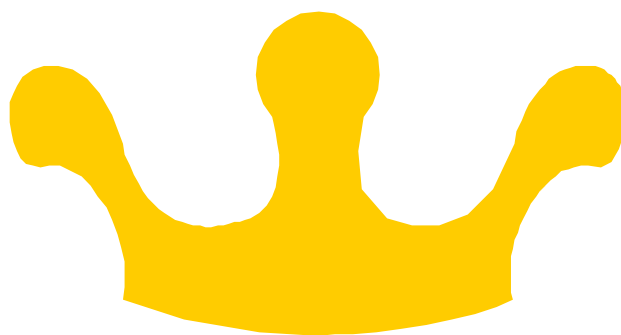
www.trilogica.com/

<http://www.systag.ch/index.html>

<http://www.baehr-thermo.de/>

<http://www.analyte.nl>

<http://www.anatech.nl>



THERMISCHE ANALYSE
BULLETIN NR 100
Jaargang 32