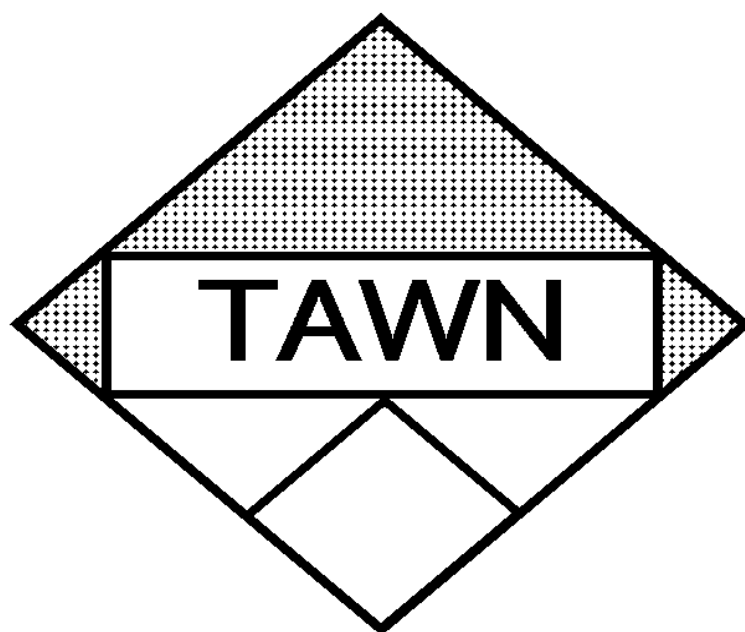


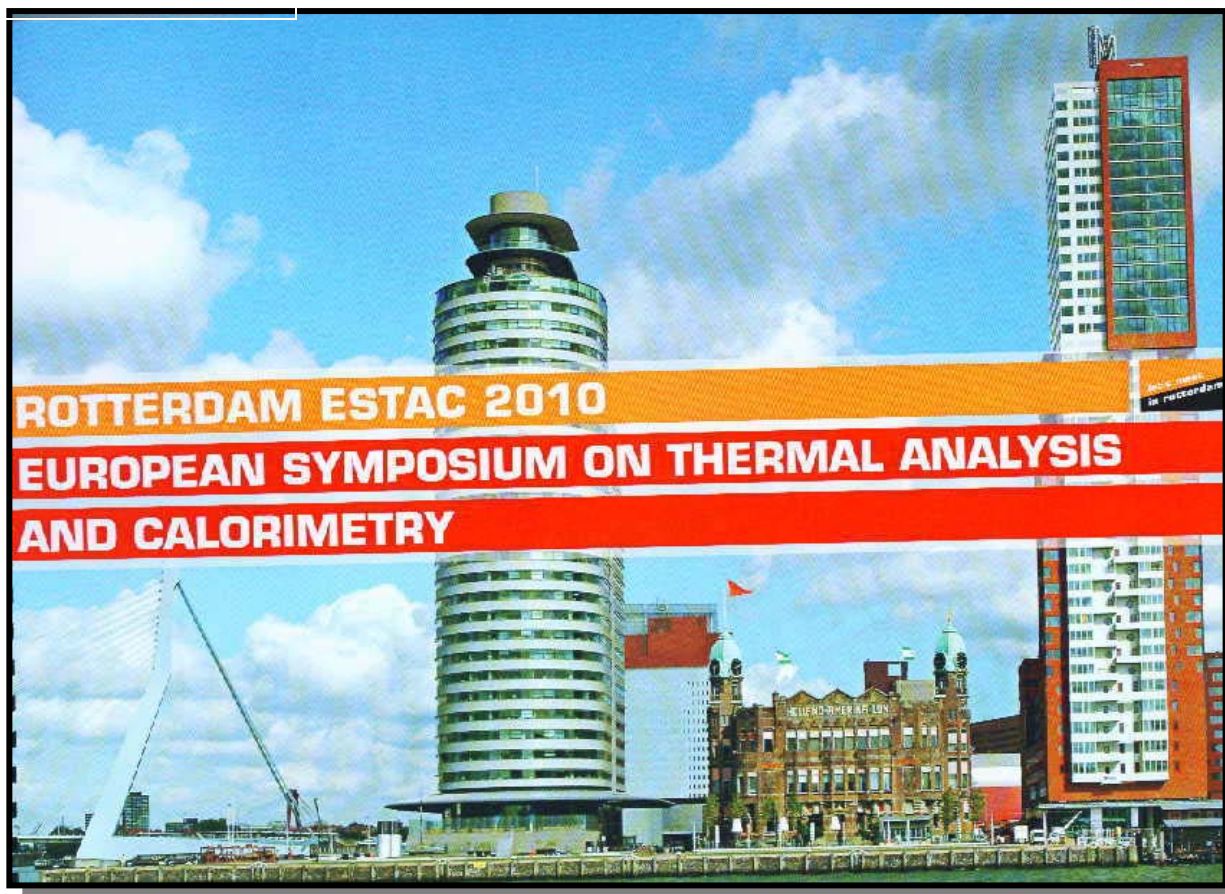
Thermische Analyse Bulletin

Het officiële orgaan van de Thermische Analyse Werkgroep Nederland april 2009



Conferentie data,
ESTAC 2010 , TAD 2009, Data Seminars,
Enquêtes, etc .

Conferentie locatie de Doelen.



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

Deze keer een verlaat bulletin. Kennelijk heeft de crisis hier ook toegeslagen. Een oproep voor bijdragen heeft nauwelijks enige reactie opgeleverd. In dit Bulletin zijn het vooral wat nieuwe ontwikkelingen bij Netzsch, PerkinElmer en Setaram. Verder seminars door diverse firma's georganiseerd.

Op de komende Natas conference in Texas (VS) is een "honorary" sessie gewijd aan het werk van Vincent Mathot.

Ook wordt er weer een oproep gedaan voor het organiseren van de TAD 2009 op 20 november en worden de meningen van de leden gevraagd voor het houden van een thermische analyse cursus. Half dit jaar zal de website voor de ESTAC 2010 in Rotterdam van start gaan.



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. Verslag van de reis in het kader van
de verleende beurs.**
- 3. Oproep voor de TAD 2009**
- 4. Financieel overzicht 2008**
- 5. Congressen, symposia**
- 6. Programma "honorary session"
Vincent Mathot op Natas Conf. 2009**
- 7. bijdragen Firma's**
- 8. Websites**



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





TAWN reisbeurs voor jonge onderzoekers 2008: SANDRIEN JANSSENS

**(Farmacotechnologie en Biofarmacie, K.U.Leuven)
Verslag van de "2008 American Association of Pharmaceutical Scientists
(AAPS) Annual Meeting and Exposition"**

**Plaats: Georgia, Atlanta, Verenigde Staten
Datum: 16 tot 20 November 2008**

Het symposium werd gehouden in het Georgia World Congress Center, in Atlanta (de stad van de *Coca Cola*!!). Dit is een zeer geschikte locatie die voldoende ruimte biedt voor lezingen, posters en exhibitie van nieuwe instrumenten en producten. Meer dan 7000 deelnemers werden geregistreerd in deze editie!

Het symposium bestond uit verschillende onderdelen zoals gezamenlijke lezingen (plenary lectures), voordrachten verdeeld over vier gelijktijdige sessies, postervoorstellingen (reuzachtig aantal!!), en exhibitie van nieuwe instrumenten. Daarnaast werden tijdens de ochtend steeds cursussen gedoceerd gedurende een tweetal uurtjes over verschillende onderwerpen (zowel fysicochemische onderwerpen als meer biologische thema's kwamen aan bod). De naam '*sunrise schools*' was goed gekozen voor deze cursussen aangezien deze startten omstreeks 7.00h!

De farmaceutische onderzoekswereld is een multidisciplinaire wereld en dat werd mooi vertaald in de verschillende thema's van de lezingen en de posters:

- drug delivery
- analyse van oplossingen
- analyse van de vaste toestand
- bioanalyse
- farmacokinetiek en metabolisme

Thermische analyse is ook ruim aan bod gekomen tijdens dit symposium aangezien het een der belangrijkste technieken is voor analyse van de vaste

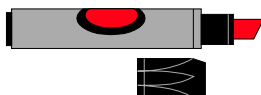
toestand (polymorfie, analyse amorge systemen,...). Er werd geen aparte sessie hierover georganiseerd, maar het gebruik van thermische analyse (voornamelijk, DSC, MDSC, μ -TA en microcalorimetrie) werd behandeld over de verschillende sessies en thema's heen. Het zou ons te ver leiden deze allemaal te bespreken, doch de volgende sessies en voordrachten verdienen een vermelding omwille van de hoge wetenschappelijke kwaliteit en relevantie:

1. Sessie: "Technologies and science behind enhancing bioavailabilities of poorly soluble compounds" met o.a.
 - a. Utilizing amorphous dispersions to reduce time to IND: discovery, structure and preparation, S. Byrn, Purdue University
 - b. Pro-drug strategies to overcome poor bioavailabilities, V. Stella, Kansas University
2. Sessie: "High energy solids for delivering poorly water-soluble drugs: opportunities and challenges" met o.a.
 - a. Fundamentals of high energy solids: thermodynamic and kinetic aspects, L. Yu, University of Wisconsin
 - b. Amorphous active pharmaceutical ingredient in preclinical studies: preparation, characterization and formulation, K. Nagapudi, Amgen
 - c. Manufacture of high energy solids with hot melt extrusion, J. Lakshman, Novartis
 - d. Development of an amorphous dispersion-based formulation for etravirine (TMC125) through the use of spray drying, M. Brewster, Johnson & Johnson

Daarnaast biedt dit symposium ruimschoots de gelegenheid om met collega's uit de hele wereld te praten tijdens de goed georganiseerde postersessies.

Het was globaal gezien een zeer interessante ervaring die ik kon beleven dank zij de reisbeurs die mij door TAWN werd geschonken.

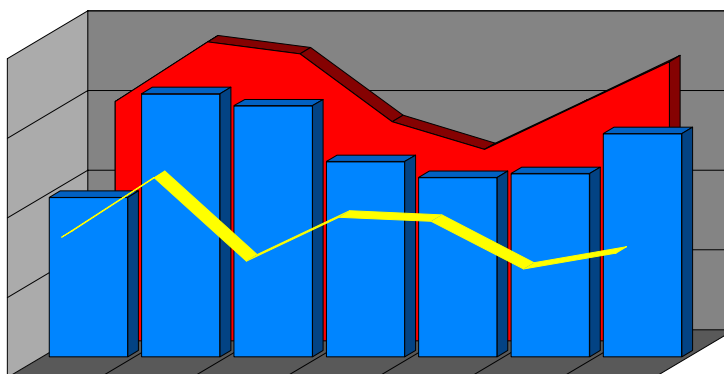
OPROEP TOT HET SPONSOREN VAN DE TAD 2009 OP 20 NOVEMBER.



WE ZOEKEN EEN LOCATIE EN U KUNT OOK ALVAST NADENKEN OVER HET LEVEREN VAN EEN BIJDRAGE IN DE VORM VAN EEN POSTER OF LEZINGEN.

TEVENS KUNT U AAN HET BESTUUR DE BEHOEFTE KENBAAR MAKEN VOOR EEN THERMISCHE ANALYSE CURCUS: DSC OF TGA.





FINANCIEEL JAAROVERZICHT TAWN 2008 (IN EURO)

Inkomsten

Contributies	1680,00
Advertenties	900,00
Rente	
Rentemeerrekening	398,71
Foutieve bijschrijving?	318,83

Uitgaven

Bestuur	1914,30
Vereniging	59,01
TA-Bulletin	656,25
TAWN reisbeurs	1000,00

Negatief saldo -332,02

Totaal 3297,54

Totaal 3297,54

Saldi (per 31.12.2007)

Giro (NL)	167,37
Rentemeerrekening	18850,00
Totaal	19017,37

Saldi (per 31.12.2008)

Giro (NL)	286,64
Rentemeerrekening	18398,71
Totaal	18685,35

**Adri Witteveen,
21.02.2009**

Toelichting bij het financieel jaaroverzicht 2008 van de TAWN

Na een onderbreking in 2007 heeft de trend van een jaarlijks negatief saldo zich weer voortgezet.

Gecorrigeerd voor een waarschijnlijk foutieve bijschrijving eind 2008 bedraagt het negatieve saldo over dat jaar € 650.

Bepalend voor het jaarlijkse financiële plaatje zijn in hoofdzaak drie variabelen:

1. De inkomsten uit advertenties (in 2008 vrij hoog)
2. De bestuurskosten, met name de congresbezoeken van een bestuurslid (in 2008 hoog)
3. Eenmalige grote uitgaven, zoals in 2008 de TAWN reisbeurs

Als deze situatie zo blijft zullen ook de komende jaren een negatief saldo opleveren.

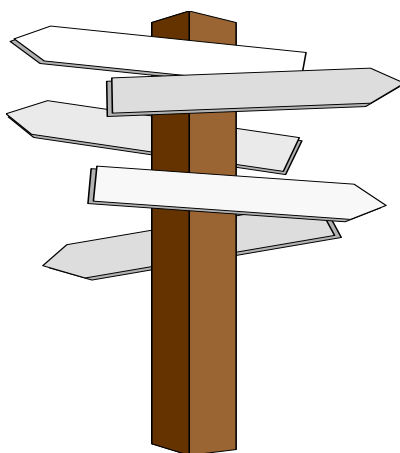
Over 2009 zal dat vrijwel zeker het geval zijn, omdat de kosten van de TAD 2008 (reis- en verblijfskosten buitenlandse spreker) pas in januari 2009 zijn afgeschreven.

Op zich kunnen we zo nog jaren doorgaan, maar we moeten er wel voor zorgen dat het interen niet te snel gaat!

Adri Witteveen, penningmeester TAWN, Arnhem 21.02.2009

[illegible]

CONGRESSEN, SYMPOSIA, CURSUSSEN



17th Symposium on Thermophysical Properties

Boulder, USA, 21.06.- 26.06.2009

<http://boulder.symp17.nist.gov>

symp17@boulder.nist.gov

2 dagen: 10-11 december

Medicta 2009 - 9th Mediterranean Conference on Calorimetry and Thermal Analysis
Marseille, F, 15.06. - 18.06.2009

<http://www.medicta2009.fr/spip.php?article3>

medicta2009@atout-org.com

32nd International Conference on Vacuum Microbalance and Thermoanalytical Techniques (IVMTC32)

Kazimierz Dolny, PL, 21.06. - 24.06.2009

[http://www.ivmttc.umcs.lublin.pl/
piotrs@hektor.umcs.lublin.pl](http://www.ivmttc.umcs.lublin.pl/piotrs@hektor.umcs.lublin.pl)

30th International Thermal Conductivity Conference (ITCC)

Pittsburgh, USA, 29.08.2009 - 02.09.2009

[http://www.thermalconductivity.org/
itcc-ites2009@thermalconductivity.org](http://www.thermalconductivity.org/itcc-ites2009@thermalconductivity.org)

NATAS 37th Annual Conference - Exploring the Frontiers of Thermal Analysis and Rheology

Lubbock, USA, 21.09. - 23.09.2009

[http://www.natasinfo.org/Natas2009\(web\)1.html](http://www.natasinfo.org/Natas2009(web)1.html)
sindee.simon@ttu.edu



Op deze laatste conferentie is er een sessie ter eerbetoon aan Vincent Mathot voor zijn bijdragen over vele jaren op gebied van o.a. Thermische Analyse.

Het programma in deze sessie is hieronder weergegeven.

Honorary Session for Dr. Vincent Mathot at the NATAS conference 2009

[A Lifetime in Research](#)

Author(s): Vincent Mathot

[Combined DSC Raman Spectroscopy for Polymers](#)

Author(s): Kevin Menard J. Lang, R. Spragg

[Crystal melting and rigid amorphous fraction devitrification in cis-1,4-polybutadiene](#)

Author(s): Maria Laura Di Lorenzo M. L. Di Lorenzo

[Determination of Lamellar Structure of Semicrystalline Polymers](#)

Author(s): Peggy Cebe H. Chen, Q. Ma

[Immobilized Fraction In Semicrystalline Polymer Nanocomposites](#)

Author(s): Andreas Wurm M. Ismail, B. Kretzschmar, D. Pospiech, C. Schick

[Melting-Point Properties of Polymers Predicted by the Mean-Field Lattice Theory](#)

Author(s): Wenbing Hu

[Nuclei Formation in PCL in a Wide Range of Time and Temperature Studied by Fast Scanning Calorimetry](#)

Author(s): Evgeny Zhuravlev C. Schick

[Polymer Crystallization Studied by Fast Scanning \(10E6 K/s\) and AC-Calorimetry](#)

Author(s): Christoph Schick E. Zhuravlev, H. Huth, A. Wurm

[Project RHC: Multiple Melting Behavior of PEEK and Ethylene/1-octene Copolymers](#)

Author(s): Herve Marand S. Yang

[Reorganization of Mesomorphic Isotactic Polypropylene](#)

Author(s): R. Androsch Q. Zia, H. J. Radusch

[Study of Melting Process of Biodegradable Poly\(lactic acid\) by Temperature Modulated Differential Scanning Calorimetry and Advanced Thermal Analysis](#)

Author(s): M. Pyda

[Thermodynamic Description of Condensed Phases](#)

Author(s): Bernhard Wunderlich

[determine temperature dependent crystallinity of polymers](#)

Author(s): peng ye K. Menard, A. Salamon, R. Packer



New from SETARAM

As we never believed it is possible to develop and succeed alone we have made partnership agreements with several structures in synergy with SETARAM.

End of 2002 SETARAM has acquired the assets of THERMOLD LLP related to TSC/RMA product line (Thermally Stimulated Current/Relaxation Map Analysis). The purpose of this technique is to identify structural information on materials, by exploiting their polar characteristics. This data provides better understanding, for example, of the behavior of a material under the influence of temperature, oxidation, plasticization, crystallization, etc. and therefore control and improve its function.

Since 2000 SETARAM has been distributing in Europe high sensitivity DSC and titration calorimeters from American company Calorimetry Sciences Corp. (Spanish Fork, UT).

Some months ago we signed an agreement with the American company TIAx (an offshoot of Arthur D. Little's Technology and Innovation Business) to develop the European market for the adiabatic calorimetry range.

In parallel we are speeding up the development of new products:

- DSC151R, new high performance auto sampler DSC: -150 /700°C, carousel with 40 samples and 5 references capabilities, robot cycle time of 65 seconds.
- WETSYS, humidity controller: it has been designed to perform experiments under controlled humidity atmosphere. It can be interfaced with a wide range of SETARAM thermal analyzers and it can be coupled with any other laboratory instrument (X-Ray, diffractometers...); from room temperature to 50°C: 5-95% RH, from 50 to 70°C: 5-90% RH.
- In collaboration with IFP (Institut Français du Pétrole), SETARAM is also introducing a new high pressure and high sensitivity DSC. The HP microDSC is characterized by its temperature range (-45/120°C), its very high sensitivity, its large volume of sample (up to 0.85 ml) and its gas tight high-pressure cells that are designed to work up to 400 bar/5800 psi. This new HP microDSC can work under the pressure and temperature conditions favorable for gas hydrates formation (or dissociation) and it is then possible to determine the thermodynamic equilibrium properties and kinetics of hydrates formation.



New solutions for materials analysis and quality assurance with Thermal Analysis

With the new STA Jupiter® and DSC Pegasus® instrument series, NETZSCH offers:

- a new modular concept covering even more application fields**
- a new standard in accuracy and efficiency**

Take this opportunity to explore our new STA 449 F1 Jupiter®, which combines the advantages of a highly sensitive thermobalance with a true Differential Scanning Calorimeter.

Have a closer look at our STA 449 F1 Jupiter®:

Determination of structural changes and reactivity of materials such as ceramics and metals, among others

Analysis of gas evolution from raw materials and finished products

Characterization of materials for superconductors, fuel cells, hydrogen storage, nanotechnology and much more

Explore the new DSC 404 F1 Pegasus®, the ideal tool for DSC measurements at the highest level for research at universities and development tasks in the industrial sector.

Take a closer look at our DSC 404 F1 Pegasus®:

Determination of the thermodynamic properties of ceramic and metallic high-performance materials, among others

Performance of quantitative enthalpy and cp determinations in a pure gas atmosphere

Characterization of amorphous metals, shape memory alloys and inorganic glasses

Would you like to request more information? - We will be happy to send you what you need!

Technex BV
Industrieweg 35
1521 NE Wormerveer
Telefoon 075 647 4567



Fascinating flexibility – the STA 449 *Jupiter*® series fits with your demands



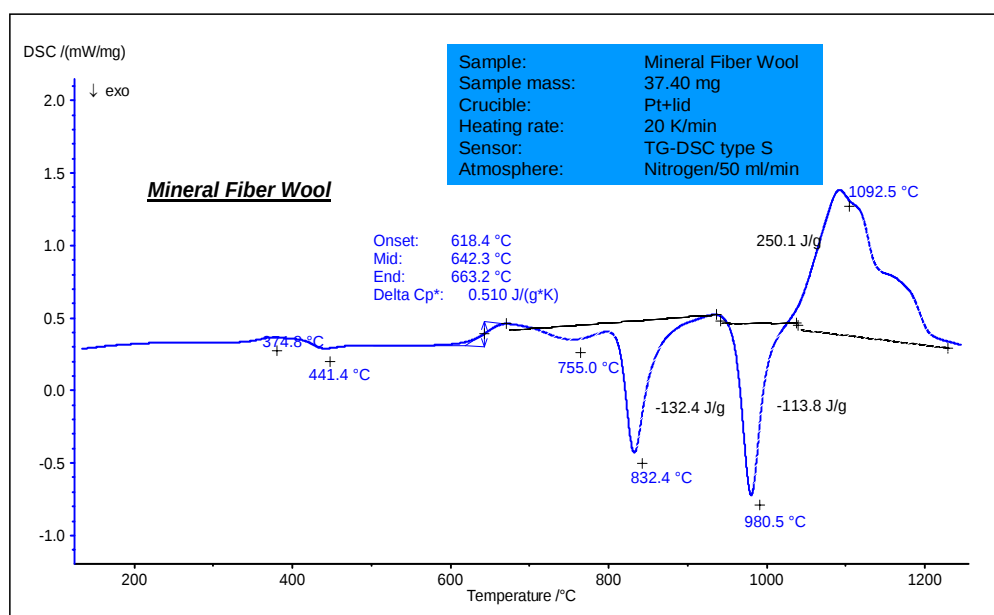
Fascinating flexible – the STA 449 *F1 Jupiter*® ASC fits with your demands

Bijdrage L. Mak Technex

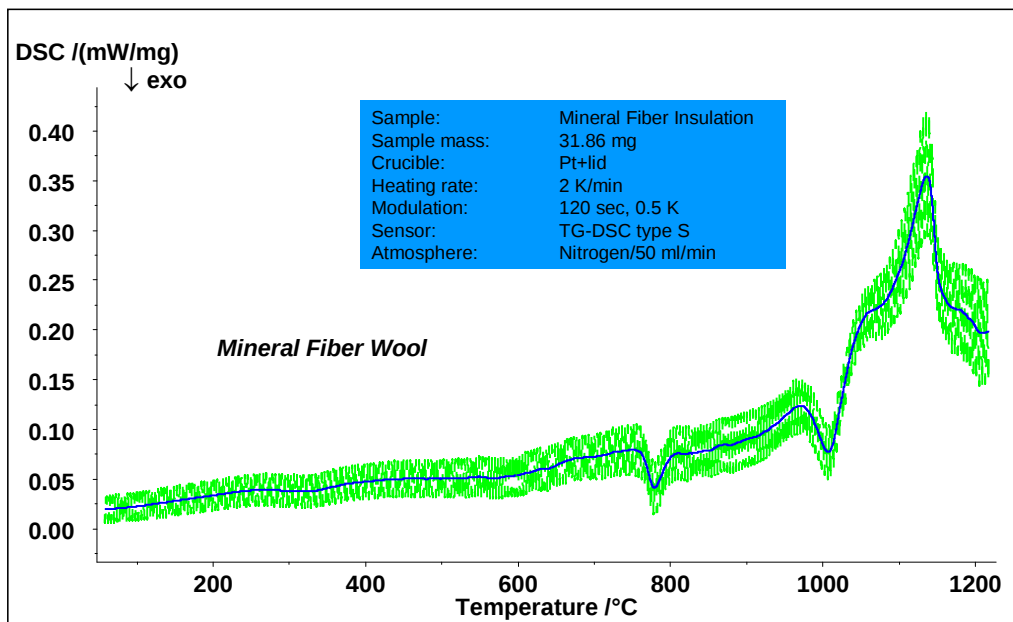
TM-DSC at High Temperatures Mineral Fiber Wool



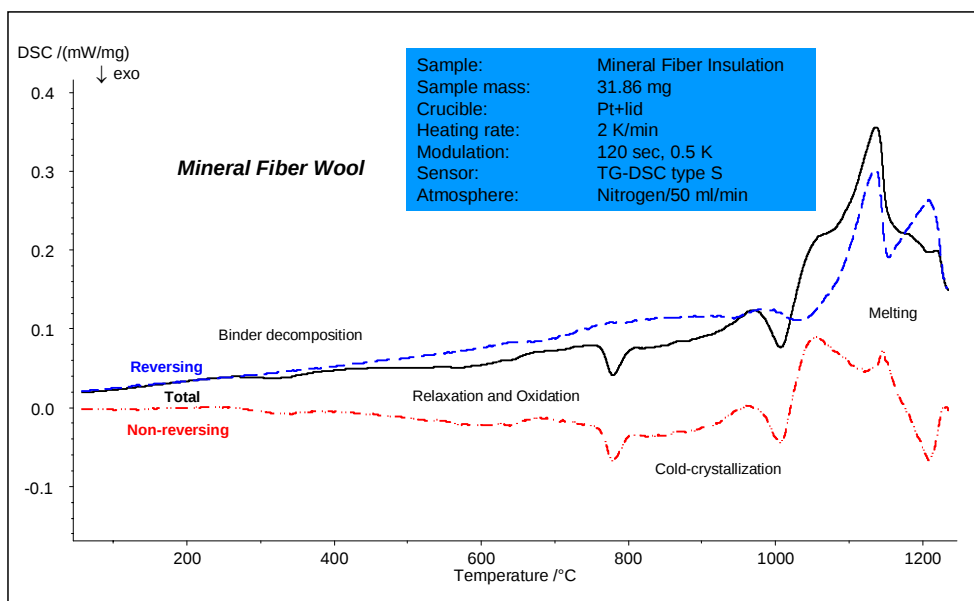
TM-DSC at High Temperatures Mineral Fiber Wool



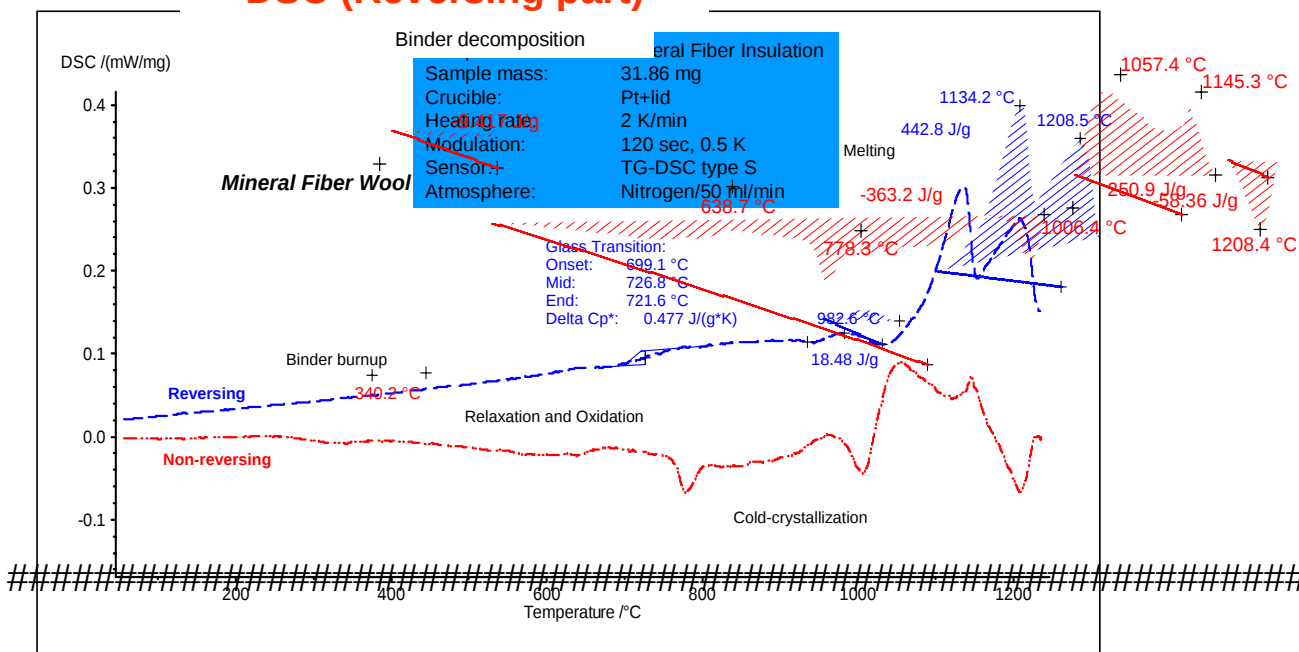
TM-DSC at High Temperatures Mineral Fiber Wool



TM-DSC at High Temperatures Mineral Fiber Wool



The glass transition can only be seen in the TM-DSC (Reversing part) at temperatures above 1000 °C



TA Instruments – BNL
2009 Training Schedule

We would like to invite you to the TA Instruments training courses for Thermal Analysis, Microcalorimetry and Rheology in 2009. These courses are a must for anyone involved in thermal analysis.

between theory and hands-on. Everyone with interest to these techniques is welcome to attend.

Module	Date
DSC Training Course (Advanced, theory & hands-on)	21 st – 22 nd January (B) 3 rd – 4 th June (NL) 9 th – 10 th November (B)
DSC Training Course (Basic, hands-on)	31 st March (NL) 8 th September (B)
MDSC Training Course (Basic, hands-on)	12 th May (B)
MDSC Training Course (Advanced, theory)	3 rd February (B) 23 rd November (B)
TGA Training Course	4 th February (B) 6 th October (B)
DMA Training Course	1 st April (B) 7 th October (B)
Universal Analysis	9 th September (B)
Rheology Training Course (Basic, theory & hands-on)	1 st -2 nd April (NL) 14 th -15 th October (B)
Sorption Analysis Training Course	25 th March (Manchester – UK) 17 th June (London – UK)
Microcalorimetry Training Courses (TAM III, TAM Air, nanoDSC, nanoITC)	10 th -11 th -12 th March (Stockholm – Sweden)

Location for the training: TA Instruments application laboratories in Etten-Leur (NL) or Zellik (B) unless otherwise mentioned. Course language is English.

Our Annual Benelux User Meeting is scheduled October 21-22. More details on the program will be available later from our website

www.tainstruments.com

For more information please visit the local pages of our website or contact Els Verdonck or Nadia Rassart : Phone (+32) 02 706 00 80 or (+31) 076 508 72 70
Mail belgium@tainstruments.com or netherlands@tainstruments.com



COURSES

- **METTLER TOLEDO Thermal Analysis Courses BENELUX:**
Basic, advanced theory and hands-on training on the subject in the English language in our facilities in Zaventem, Belgium or in the Dutch language in our facilities in Tiel, The Netherlands.
- **METTLER TOLEDO Thermal Analysis Courses SWITZERLAND**
Basic courses:
 - Correct operation and use of the METTLER TOLEDO TA System
 - Understanding of the software concept and basic features
 - The basics of thermal analysis and the respective TA measuring principle
 - Procedures to prepare samples and to set measuring conditions
 - Basic understanding of the available evaluation procedures for the different TA modulesAdvanced course:
 - Gain more knowledge on applications of DSC measuring techniques
 - Use of all the software features
 - TGA-MS and TGA-FTIR

	English-speaking		German-speaking	
STARe Software Basics	May 11	Nov. 9	May 4	Nov. 2
TMA Basics	May 11	Nov. 9	May 4	Nov. 2
DMA Basics	May 11	Nov. 9	May 4	Nov. 2
DMA Advanced	May 12	Nov. 10	May 5	Nov. 3
TGA Basics	May 12	Nov. 10	May 5	Nov. 3
TGA Advanced	May 13	Nov. 11	May 6	Nov. 4
DSC Basics	May 13	Nov. 11	May 6	Nov. 4
DSC Advanced	May 14	Nov. 12	May 7	Nov. 5

TGA-FTIR	May 14	Nov. 12	May 7	Nov. 5
TGA-MS	May 15	Nov. 13	May 8	Nov. 6
STARe Software Advanced	May 15	Nov. 13	May 8	Nov. 6
Kinetics/TMDSC	May 15	Nov. 13	May 8	Nov. 6

#####



NEW PRODUCTS

DSC 4000



Reliable performance. Any way you look at it.

Our new DSC 4000 is a compact workhorse that performs like a champion. It's the single-furnace solution you can depend on for a wide range of routine applications in the academic, polymer and pharmaceutical markets. And not only is the DSC 4000 upgradeable, it's also proof that we look at quality from every angle to bring you consistency, reliability and superior ease-of-use.

- Single furnace DSC
- Optional 45-position autosampler
- Upgradeable to DSC 6000

DSC 6000



See what enhanced performance can do for you

It gives you all the advantages of the DSC 4000. But our advanced, single-furnace DSC 6000 gives you so much more. Now you can get Modulated Temperature DSC (MT-DSC) technology for easier data interpretation, and new capabilities for product development and troubleshooting. It's easy to see why the DSC 6000 is essential for any laboratory.



- Single furnace DSC
- Modulated Temperature DSC
- Optional photocalorimeter accessory

DSC 8000



Deepen your insight with exclusive technology

Responding to your need for greater sensitivity and accuracy, PerkinElmer brings you the DSC 8000. It features our proprietary double-furnace technology, which directly measures the heat flow between two independent furnaces. And with the most precise energy measurements over the whole temperature range, it gives you new insights into materials to meet your most demanding applications.



- Double-furnace DSC
- Optional 96-position autosampler
- Upgradeable to DSC 8500

DSC 8500

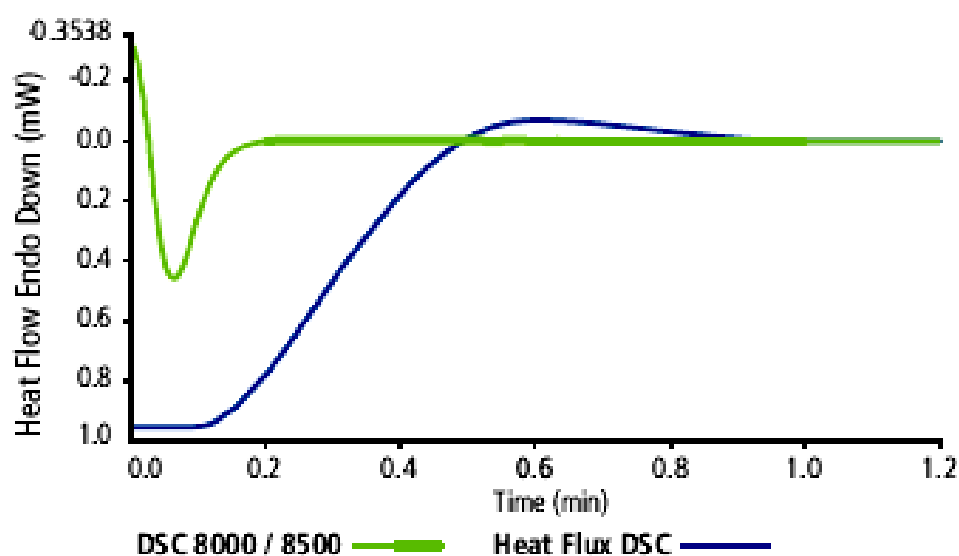


Hyper-enabled performance. Truly revealing.

PerkinElmer is proud to introduce the DSC 8500, featuring second-generation HyperDSC® technology. Now you can gain unlimited insight into the structure, properties and performance of your materials. And with hyper-enabled, double-furnace technology and better application capabilities, the DSC 8500 gives you higher accuracy and sensitivity than ever before.



- Double-furnace DSC
- HyperDSC
- Optional 96-position autosampler



The response time of DSC 8000/8500 compared with a traditional heat flux DSC.

Realize new efficiencies with a DSC autosampler

All PerkinElmer DSC instruments come with optional autosamplers, so you can perform automated analyses with minimal effort. And with our Pyris™ Player software, setting up a run on one of our autosamplers is simple and quick – and you can run samples during and after business hours. Not sure if you need an autosampler today? Our autosamplers are available as upgrade options to meet the growing demands of your lab.



Detecting Weak Glass Transition (T_g) in Polymers by HyperDSC

David Norman and Peng Ye
PerkinElmer, Inc.
710 Bridgeport Avenue
Shelton, CT 06484 USA

Introduction

Many polymers are semi-crystalline material. The percentage of crystallinity depends on many factors including chemical structure, interaction between polymer chains and processing conditions. When polymers get heated, the amorphous part will change from the glassy state to the rubbery state at the glass transition temperature (T_g). Since only the amorphous part contributes to the glass transition, for highly crystalline polymers, the glass transition (T_g) can be very weak. One typical example is High Density Polyethylene (HDPE), a highly crystalline engineering thermoplastic. It is typically used in applications demanding a material that is chemically inert, does not absorb moisture, can be utilized over a wide range of temperature, and exhibits a high tensile modulus.

The amorphous region in HDPE is generally accepted to account for about 5% or less of the sample. Historically, the glass transition for a highly crystalline material like HDPE could not be determined by DSC since the step change in the heat flow signal as the material is heated through its glass transition cannot be observed at traditional scanning rates. The advance of fast scanning DSC technology offers the opportunity to detect weak T_g in such cases. The step change in heat flow signal during glass transition is proportional to the heating rate. The sensitivity is increased by a fast scanning rate.

HyperDSC® can be preformed on a double-furnace DSC, such as the PerkinElmer® DSC 8500. In contrast to most singlefurnace DSCs, the double-furnace DSC uses ultra lightweight furnaces with very low thermal inertia and can achieve the fastest possible DSC response time. It allows very fast controlled linear heating and cooling scanning (up to 750 °C/min). In this study, an HDPE sample is used to demonstrate the increased sensitivity and ability to detect weak glass transitions with HyperDSC.

Result

The DSC 8500 with liquid nitrogen cooling was used for this study. While the data generated for this work was performed utilizing HyperDSC, the DSC 8000 with scanning rates up to 300 °C/min can also be used for traditional as well as StepScan DSC studies which is one of the modulated temperature DSC technologies. The data in Figure 1 indicates the T_g of the HDPE sample to be approximately -111 °C. For comparison, the same sample was run under conventional DSC condition at 10 °C/min. As indicated in Figure 1, there is no detectable transition in this temperature range even when zooming into the curve with conventional 10 °C/min scanning rate. This result clearly demonstrates the increased detection sensitivity with HyperDSC.

Also worth noting is that the experiment started at 150 °C, just 40 °C below the expected glass transition at 100 °C/min. This is only possible with a double-furnace DSC because the ultralight double-furnace enables very fast response

times. It takes less than 10 seconds for the DSC curve to stabilize and a valid measurement to be made. Therefore the startup transition is just 15 °C. So the 40 °C temperature range below the expected transition is already enough for this experiment. This fast response is not achievable with a heat flux DSC because of its bigger, heavier furnace. As illustrated in Figure 2, the single-furnace heat flux DSC has a much longer startup transition than the double-furnance power compensation DSC. In the case of HDPE experiment, if the startup transition for heat flux DSC takes 1 min, then the experiment will have to start at least 100 °C below the expected glass transition at a heating rate of 100 °C/min. That means that the experiment needs to be started at as low as -211 °C which is not achievable on liquid nitrogen cooling accessory.

Summary

Since the ordinate axis in DSC data is expressed in units of power, or energy per unit time, fast scanning rate increases the signal and sensitivity of a DSC measurement. HyperDSC, which employs heating rates of approximately an order of magnitude faster than traditional DSC, makes it possible to detect some challenging weak glass transitions, such as that of HDPE. The very quick response of the double-furnance power compensation DSC also makes the measurement feasible with liquid nitrogen cooling accessory.

Figure 2. Example of startup transition of double-furnance DSC (red) and single-furnance heat flux DSC (blue) with the same experimental condition.

Figure 1. HDPE heating at 100 °C/min (red) and 10 °C/min (blue).

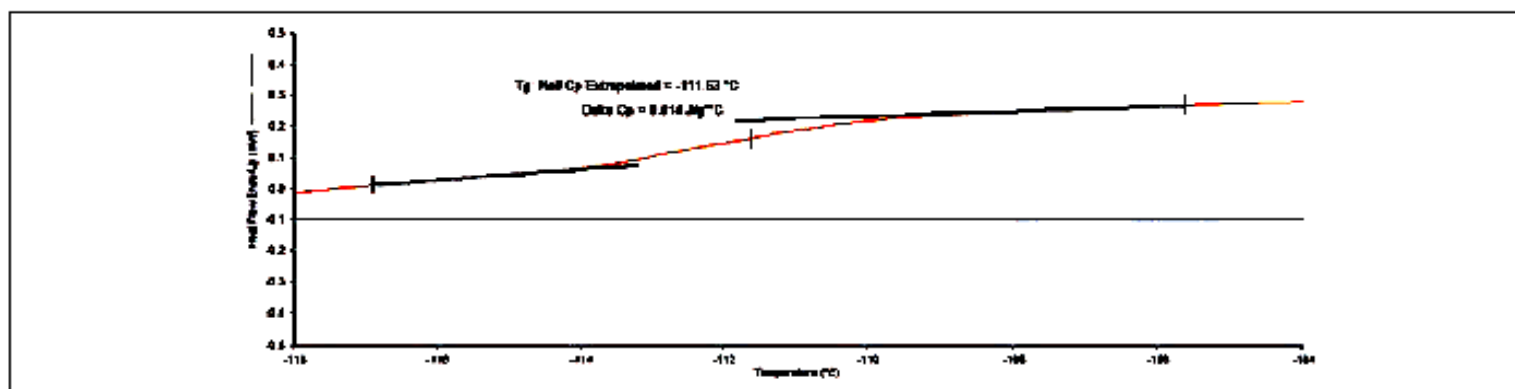


Figure 1. HDPE heating at 100 °C/min (red) and 10 °C/min (blue).

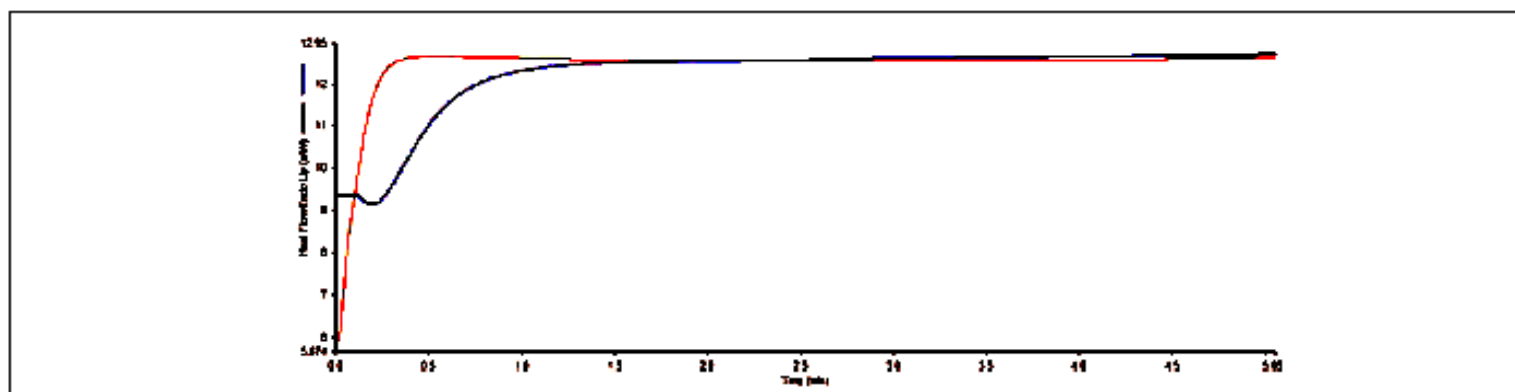
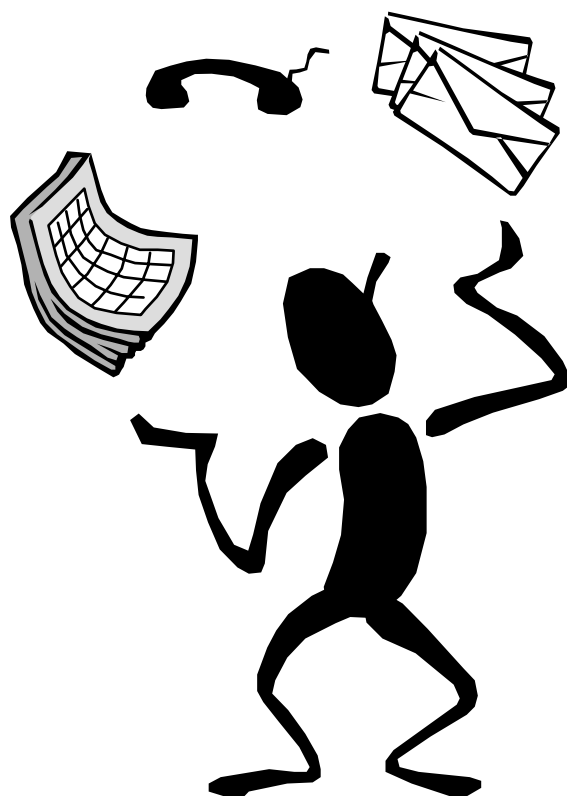


Figure 2. Example of startup transition of double-furnance DSC (red) and single-furnance heat flux DSC (blue) with the same experimental condition.



<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://nl.mt.com/home/>
<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.paon.nl/>
<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
Jaargang 31