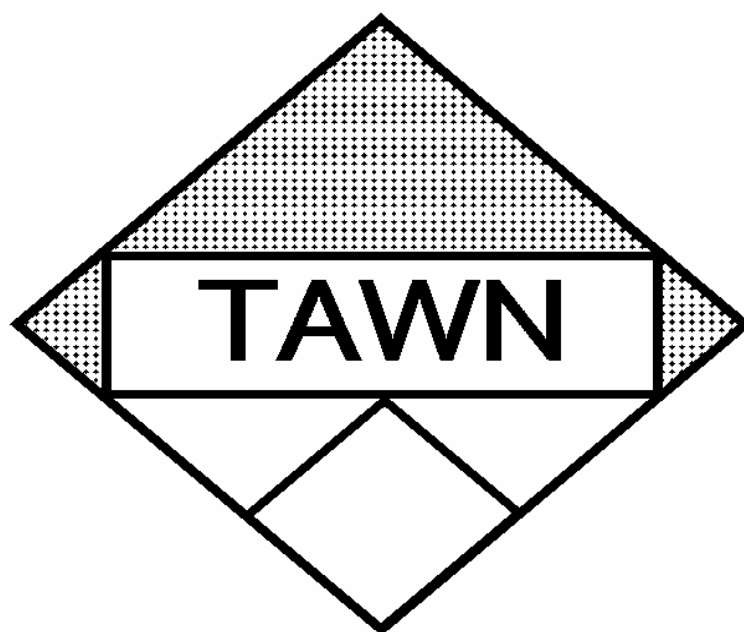


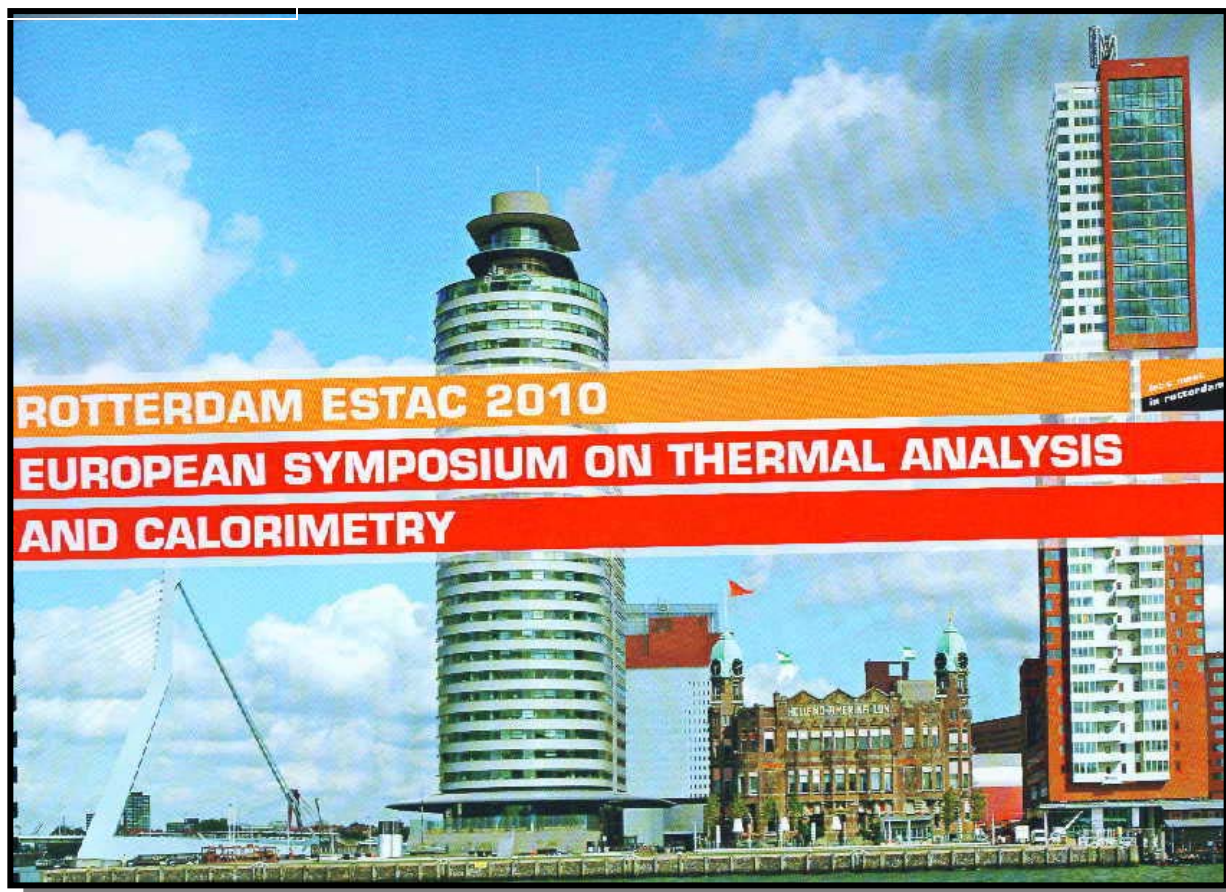
Thermische Analyse Bulletin

Het officiële orgaan van de Thermische Analyse Werkgroep Nederland nov. 2009



Conferentie data,
ESTAC 2010, TAD 2009, Nomenclature,
Apparatuur, Wetenschappelijke bijdragen, Etc

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



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 weer een verheugend aantal bijdragen van leveranciers van TA instrumenten. Tevens vindt U het programma van de TAD 2009 te Noordwijk. Voorwaarde is wel dat van te voren wordt aangemeld (zie bladzijde 12) en dat een legitimatie bewijs wordt meegebracht. Opnieuw ook aandacht voor de praktische DSC cursus van de TAWN en de meer theoretische van de PATON (voorheen PAON).



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. Oproep DSC/TGA cursus en bestuursleden**
- 3. Conferentie en Seminar Data**
- 4. TAD 2009 Noordwijk + info DSC cursus**
- 5. Reisbeurs**
- 6. Bijdrage Technex/Netzsch + advertentie**
- 7. Bijdrage TA**
- 8. Bijdrage Mettler + advertentie**
- 9. Bijdrage Benelux-Scientific / PerkinElmer**
- 10. Websites.**
- 11. Data seminar Mettler**



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



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



BELANGRIJK

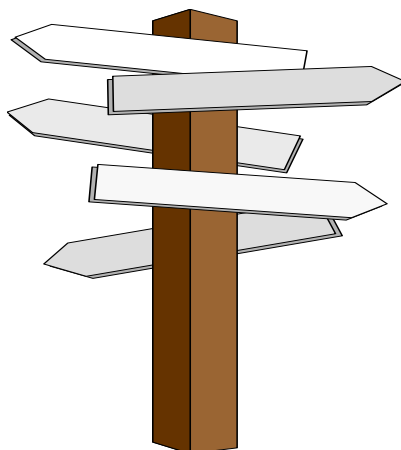
Bestuursleden gezocht

Het bestuur van de TAWN bestaat uit 6 leden en al vanaf 2002 is de samenstelling niet gewijzigd. De twee bestuursleden die het langst in functie zijn, Gerrit Hakvoort en Adri Witteveen (penningmeester), zijn in november van dit jaar aftredend. Gezien het feit dat de TAWN is betrokken bij de organisatie van het internationale congres ESTAC-10, dat in augustus volgend jaar zal plaatsvinden, en waaraan zij beiden met heel veel plezier meewerken, hebben zij zich voor een nieuwe termijn herkiesbaar gesteld.

Het lijkt echter waarschijnlijk dat op niet al te lange termijn na de ESTAC-10 er één of meer bestuursleden zullen aftreden. Daarom wil het bestuur graag in contact komen met leden die bereid zijn om in het bestuur zitting te nemen. Een nieuw bestuurslid kan worden benoemd (door de ledenraad) nadat een zittend bestuurslid zijn aftreden heeft aangekondigd. Maar, mede gezien de organisatie van de ESTAC-10, is het ook mogelijk dat het bestuur al komende november (tijdelijk) wordt uitgebreid.

Mocht u belangstelling hebben om TAWN bestuurslid te worden, neem dan contact op met de voorzitter (Paul van Ekeren, e-mail Paul.vanEkeren@tno.nl, tel. 015-2843280) of de secretaris (Wim de Klerk, e-mail Wim.deKlerk@tno.nl, tel. 015-2842580). Ook voor vragen kunt u deze personen benaderen.

CONGRESSEN, SYMPOSIA, CURSUSSEN



**PhandTA 11 - 11th Conference on Pharmacy & Applied Physical Chemistry
Innsbruck, CH, 07.02.2010 - 10.02.2010**

<http://www.eurostar-science.org>
erwin.marti@apch.ch

**7th Heat Flow Calorimetry Symposium
Rijswijk, NL, 17.05 - 20.05.2010**

wim.deklerk@tno.nl

**13th International Symposium on Loss Prevention and Safety Promotion in the
Process Industries**

Brugge, B, 06.06. - 09.06.2010

<https://www.ti.kviv.be/conf/Lossprevention2010/>
info@lossprevention2010.com

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

De Klerk / van Ekeren (TNO) wim.deklerk@tno.nl

**3-daagse Cursus
Thermische Analyse**

24-25-26 maart 2010

www.paton.nl

info@paton.nl

Het gebruik van thermische analysetechnieken (zoals TGA, DTA, DSC, micro/nano-calorimetrie, hoge snelheids calorimetrie, rheometrie, DMA en TMA) is de laatste jaren enorm toegenomen en heeft toepassing gevonden in een breed spectrum van materialen zoals polymeren, farmaceutische producten, rubbers, metalen, mineralen, composieten en allerlei high-tech materialen.

Deze thermische analysetechnieken zijn onmisbaar geworden zowel bij de karakterisering als bij de studie van de eigenschappen van materialen.

Daarenboven zijn zij, in tegenstelling tot vele andere technieken, bij uitstek geschikt voor bestudering van eigenschappen tijdens realistische tijd-temperatuur programma's zoals die bij de verwerking en bij het gebruik van producten optreden.

Belangrijke bijkomende mogelijkheden voor materiaal-identificatie en voor de bepaling van reactiemechanismen worden verkregen door deze technieken te koppelen aan andere analysetechnieken zoals FTIR en MS waardoor men niet alleen de correlatie verkrijgt van temperatuur-tijd met de vrijgekomen hoeveelheid gas of met de hoeveelheid warmte maar ook met de aard van de vrijgekomen producten.

Cursusprogramma

- Inleidende begrippen thermodynamica en relatie thermodynamica - thermische analyse
- Thermische toestanden van polymeren (m.i.v. DSC en hoge snelheids calorimetrie)
- Uitzettingscoëfficiënt van materialen (TMA)
- Visco elastisch gedrag van materialen
- Glasovergang van polymeren + Rheometrie
- Inwendige wrijving of demping in materialen (DMA)
- (MT)DSC toegepast op (reagerende) polymeren
- Micro (nano)-thermische analyse
- Isotherme microcalorimetrie
- Thermische analyse van anorganische stoffen
- TGA on-line en off-line gekoppeld aan o.m. FTIR en MS
- Toepassingen van thermische analyse in de farmaceutische Industrie.

Bestemd voor

Deze cursus is bestemd voor TA-gebruikers en toekomstige TA-gebruikers, werkzaam in de research, analyse, in het onderwijs, kortom allen die hun kennis omtrent TA-technieken en hun concrete toepassingen willen verruimen en updaten.

Resultaat

Na de cursus bent u bekend met de state-of-the-art van de voornaamste thermische analysetechnieken. U heeft, aan de hand van vele concrete voorbeelden, begrepen welke bijdrage thermische analyse kan leveren aan de karakterisering van allerlei soorten materialen en aan de studie van hun gedrag. Daarbij liggen accenten op het optimaal benutten van de mogelijkheden van dit soort apparatuur, op de interpretatie van meetgegevens, op het vinden van concrete toepassingen en op de koppeling met andere technieken.

Cursusleiding en docenten

Prof. Jules Mullens, Laboratorium Anorganische en Fysische Scheikunde, Universiteit Hasselt, Diepenbeek (cursusleiding).

Dr. Paul van Ekeren, TNO Defensie & Veiligheid, afd. Energetische Materialen, Rijswijk.

Prof. Jan Van Humbeeck, Metaalkunde en Toegepaste Materiaalkunde, KU-Leuven.

Ing. Wim de Klerk, TNO Defensie & Veiligheid, afd. Energetische Materialen, Rijswijk.

Prof. Vincent B.F. Mathot, President SciTe b.v., Gast-Professor KU-Leuven.

Prof. Bruno Van Mele, Laboratorium Fysische Scheikunde en Polymeren, VU-Brussel.

Prof. Guy Van den Mooter, Lab. voor Farmacotechnologie & Biofarmacie, KU-Leuven

Data, plaats en prijs

Data: 24, 25 en 26 maart 2010

Plaats: Veldhoven

Prijs: € 1.925,- (excl. BTW) incl. cursusmateriaal, lunches en diners

Inschrijven

www.paton.nl

info@paton.nl

PATON is hét instituut voor technische bedrijfsopleidingen. Het staat voluit voor PostAcademisch Technisch Onderwijs Nederland en het ontwikkelt en organiseert opleidingen voor hoger technisch kader bij bedrijven en overheid. Cursisten nemen in kort tijdsbestek kennis van belangrijke ontwikkelingen op het gebied van science, engineering & technology.

PATON BV is opgericht door Stichting PaON en Stichting PATO, die hierin hun onderwijsactiviteiten hebben samengebracht. PATON werkt samen met docenten, afkomstig van universiteiten, hogescholen en bedrijfsleven, die top-expert zijn op hun vakgebied. PATON is toonaangevend op het gebied van "knowledge improvement" van onze klanten. Hierdoor draagt PATON ook bij aan het innovatief vermogen van de organisaties waar onze cursisten werken.

@@

Graag bieden wij u in november opnieuw de gelegenheid om een praktische training voor de volgende thermische analyse technieken te volgen.

- 10 en 11 november DSC (differential scanning calorimetrie)
- 12 november TGA (thermogravimetrie)



De cursus is bedoeld voor gebruikers van deze technieken die een goede basis willen leggen of hun kennis willen oprispen. Hoewel in eerste instantie bedoeld voor gebruikers van Perkin Elmer instrumenten, zullen ook gebruikers van andere systemen kunnen profiteren van de basis theorie en de vele praktische tips en trucs en applicatie voorbeelden.

De cursus heeft plaats aan en wordt verzorgd in samenwerking met de TU Delft. De cursusleiding is in handen van Phil Robinson, een zeer ervaren specialist op deze technieken namens Perkin Elmer.

De kosten van de cursus bedragen Euro 690,- per persoon en per dag.

Meer informatie over deze cursus en de mogelijkheid om te registreren vindt u op onze website www.benelux-scientific.nl/opleidingen.

Wilt u eerst een van onze productspecialisten spreken dan kunt u uiteraard telefonisch contact met ons opnemen.

Met vriendelijke groeten,
Benelux Scientific BV

Randy Israël

TAD 2009



DE TAD 2009 ZAL PLAATS VINDEN OP DINSDAG 24 NOVEMBER BIJ ESTEC IN NOORDWIJK.

Met betrekking tot de beveiliging bij ESA/ESTEC moeten de deelnemers vóóraf worden aangemeld; daarbij hebben we naam en werkgever nodig.

Op de dag zelf is het noodzakelijk dat alle deelnemers een legitimatiebewijs bij zich hebben.





Routebeschrijving naar ESTEC

Met de auto:

ESTEC ligt ten zuiden van Noordwijk. Neem vanaf Amsterdam de A4 in de richting Den Haag/Rotterdam. Volg bij de splitsing de A44. Neem de afslag Noordwijk/Voorhout en rijd richting Noordwijk. Volg nu de bordjes 'ESA ESTEC'.

Vanaf Den Haag rijdt u over de A4 naar Amsterdam. Neem de afslag Leiden. Volg de N206 in de richting Katwijk en Haarlem. Neem de afslag Katwijk Noord. Volg nu de bordjes 'ESA ESTEC' (kleine witte verkeersbordjes).

Met de trein:

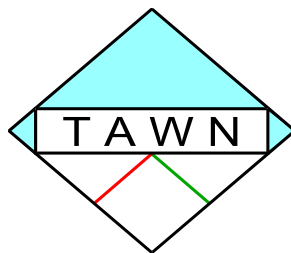
Neem vanaf Leiden Centraal Station bus 32 naar Katwijk. De bus stopt bij de hoofdingang van ESTEC (de busreis duurt ongeveer dertig minuten). De bus vertrekt twee keer per uur in spijstijden en slechts één keer per uur in de reguliere tijden.

Vanaf het vliegveld:

Neem vanaf luchthaven Schiphol een taxi naar ESTEC (ca. dertig minuten) of de trein naar Leiden (ca. vijftien minuten) en dan bus 32 (dertig minuten). Met een huurauto volgt u de instructies hierboven, vanaf Amsterdam.

Programma TAD-2009

- 09:30** **Ontvangst met koffie / thee**
- 10:00** **Opening door de voorzitter**
- 10:05** **Welkom aan de deelnemers en introductie van ESA/ESTEC door een vertegenwoordiger van het management.**
- 10:15** **C. Semprimoschnig (ESA/ESTEC): "Thermal Analysis within ESA - challenges and analysis solutions"**
- 10:40** **Chris Kooij (Corus): "Thermal Analysis in aluminium alloy development"**
- 11:05** **Koffie / thee**
- 11:25** **Sandra Guns (KU Leuven): "Characterization of the co-polymer poly(ethylenglycol-g-vinylalcohol) as a potential carrier in the formulation of solid dispersions"**
- 11:50** **Els Verdonck (TA Instruments): "Rapid Scanning DSC (Project RHC): the perfect tool to simulate production processes and study kinetic events"**
- 12:15** **J. Williamson (ESA/ESTEC): "Specific thermal analysis problems on materials for space applications"**
- 12:40** **Lunch**
- 13:40** **TAWN ledenvergadering (incl. informatie over ESTAC-10)**
- 14:40** **Jo D'herde (PerkinElmer): "Cutting edge hyphenated techniques as TG-IR, TG-IR-(GC)-MS, DSC-Raman, ..."**
- 15:05** **Thee / koffie**
- 15:30** **Mattias Gustavsson (Hot Disk): "Transient Plane Source (TPS) technique for convenient thermal conductivity and thermal diffusivity measurements on various sample types"**
- 15:55** **Rondleiding door de faciliteiten van ESA/ESTEC**
- 16:40** **Sluiting door de voorzitter**



Cursus Thermische Analyse met nadruk op praktische handelingen

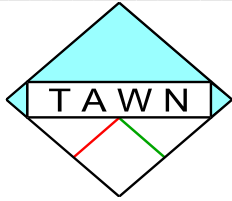
Wij zijn voornemens om begin 2010 een nieuwe cursus Thermische Analyse met nadruk op praktische handelingen te organiseren.

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.

Er wordt gedacht aan een cursus in de eerste week van februari 2010. 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.

De cursus zal 2 à 3 dagen duren, hoogstwaarschijnlijk in de periode van 1 – 5 februari.

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



Reglement Reisbeurzen voor Jonge Onderzoekers

1. Om het oordeelkundig gebruik van Thermische Analyse en/of Calorimetrie in Nederland en Vlaanderen te stimuleren kan het bestuur van de TAWN een beurs toekennen aan jonge onderzoekers die op een (inter)nationaal congres of symposium resultaten van hun werk willen presenteren door middel van een lezing of een poster.
2. Het bestuur van de TAWN zal zich inzetten om deze mogelijkheid bekend te maken.
3. Het te presenteren werk moet voor een significant deel bestaan uit het correct toepassen van Thermische Analyse, zoals DSC, DTA, TG, TMA, DMA en DEA, of calorimetrie.
4. Het budget dat voor de beurzen beschikbaar is wordt door het bestuur van de TAWN vastgesteld. Het bestuur zal trachten om het budget via één of meer sponsors bijeen te brengen.
5. De frequentie van toekenning van beurzen is budgetgebonden, en daardoor mede afhankelijk van de sponsormiddelen. In principe wordt gestreefd naar een jaarlijkse toekenning van een beurs.
6. Een beurs kan op ieder gewenst tijdstip worden toegekend aan een kandidaat die een aanvraag indient bij het bestuur. De aanvraag dient te zijn voorzien van een 'abstract' van de presentatie, aangevuld met relevante informatie om de aanvraag te kunnen beoordelen. Tevens dient een begroting van de kosten te worden overlegd.
7. De kandidaat voor een beurs dient de leeftijd van 35 jaar nog niet te hebben bereikt.
8. Over toekenning van een beurs wordt beslist door het bestuur van de TAWN op basis van de kwaliteit van de voorgestelde presentatie.
9. Wanneer een bestuurslid zelf is betrokken bij het werk van een kandidaat, dan zal hij wel mee kunnen overleggen en adviseren, maar niet deelnemen aan een eventuele stemming over toekenning van een beurs.
10. De beurs bestaat uit een geldbedrag. De hoogte van dit bedrag wordt bepaald door het bestuur, maar zal nimmer meer bedragen dan het totaal van de inschrijvings-, reis- en verblijfskosten.
11. In geval van sponsoring worden de sponsors vermeld bij de uitreiking van de beurs en bij de presentatie.
12. Van degene die een beurs krijgt toegewezen wordt verwacht dat hij/zij een voordracht zal houden over zijn/haar werk tijdens een door de TAWN georganiseerde Thermische Analyse bijeenkomst in Nederland of Vlaanderen.
13. Een persoon kan slechts eenmalig een beurs ontvangen.
14. Het TAWN-bestuur is niet gebonden opening van zaken te geven over de besluitvorming.
15. In gevallen waarin dit reglement niet voorziet beslist het TAWN-bestuur.

Vastgesteld te Utrecht,
in de TAWN-bestuursvergadering op 21 september 2006.

Bijdragen TA firma's (buiten verantwoordelijkheid van redactie)



**Uitnodiging voor een Hoge Temperatuur
Thermische Analyse Seminar op 11 februari 2010 in Petten**

Introductie van de nieuwste analysetechnieken en toepassingen én een rondleiding door de laboratoria van ECN en NRG

Op 11 februari organiseert Technex, in samenwerking met Netzsch, ECN en NRG een seminar waarbij de nieuwste thermische analysetechnieken en toepassingen worden besproken.



Lezingen worden onder andere verzorgd door Netzsch applicatiespecialist dr. Ekkehard Post. De bezoekers worden bovendien in de unieke gelegenheid gesteld om een rondleiding te krijgen door de laboratoria van ECN en NRG.

Het voorlopige programma is als volgt:

8:30-9:30 Registration and coffee

9:30-9:45 Welcome and short introduction Technex / ECN / NRG (Loran Mak, Technex)

9:45-10:30 Introduction Netzsch (Peter Davies, Netzsch Instruments UK)

10:30-10:45 coffee break

10:45-11:30 new high temperature products and applications (Dr. Ekkehard Post, Netzsch Gerätebau Germany)

Some of the topics are:

Thermal analysis with Simultaneous TG and DSC applications upto 1750°C

Specific heat (Cp) determination upto 1400°C

Simultaneous TG and DSC under 100% humidity upto 1300°C

Building/insulation material analysis with Temperature Modulated DSC upto 1400°C

11:30-12:00 short tour through ECN laboratories

12:00-13:15 lunch in ECN restaurant

13:15-14:15 new high temperature products and applications (Dr. Ekkehard Post, Netzsch Gerätebau Germany)

Application of Simultaneous TG-DSC-QMS-FTIR and Skimmer systems at high temperatures

Thermal Conductivity from vacuum insulation upto metals and diamond, from -160°C upto 2000°C

14:15-14:45 thermal analysis in a nuclear environment (NRG specialist)

14:45-15:00 coffee break

15:00-16:30 visit to NRG hot-cell laboratories (divided in 2 groups)

16:30-17:30 closing session, drinks and farewell

Dit evenement kunt u als thermische analyse expert kostenlos bijwonen!
Neemt u wel uw paspoort mee!

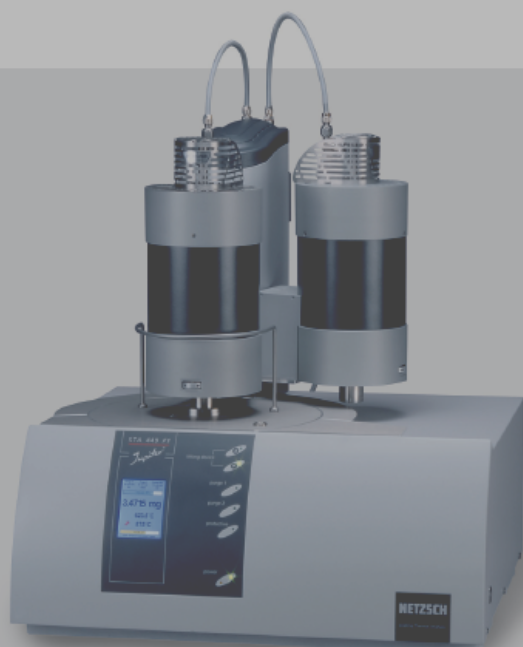
In verband met de maximale groepsgrootte, adviseren wij u om u nu reeds aan te melden bij [Loran Mak](mailto:l.mak@technex.nl), l.mak@technex.nl of 075 6474567



Advertentie

THERMAL ANALYSIS

NETZSCH



- Simultaneous mass change (TG) and energetics (DSC) with the **NEW STA 449 F1 Jupiter®**
- Thermal stability, decomposition behaviour, phase transitions and specific heat of:
 - polymers
 - pharmaceuticals
 - ceramics/glasses
 - metals
- -150°C to 1000°C/1500°C/2000°C
- TG resolution: 25 ng
- True heat flux DSC
- Vacuum tight
- Automatic Sample Changer

NETZSCH-Gerätebau GmbH
95100 Selb, Germany
Tel.: +49 9287 881 0
E-mail: at@netsch.com

Technex BV
NL 1521 NE Wormerveer
Tel.: +31 75 647 4567
E-mail: info@technex.nl

www.netzsch.com
www.thermischeanalyse.nl



Investigation of Nylon 6 Using Controlled Humidity Dynamic Mechanical Analysis

ABSTRACT

This paper discusses the dynamic mechanical analysis of Nylon 6 under varying conditions of temperature and relative humidity and the direct measurement of the coefficient of hygroscopic expansion.

INTRODUCTION

Nylon 6 exhibits outstanding physical, thermal, and chemical properties, plus good resistance to fatigue, abrasion, sunlight, and microorganisms. As such, Nylon 6 is used in a wide range of applications, including use in bristles for toothbrushes, sutures for surgery, hosiery, knitted garments, and a large variety of threads, ropes, filaments, nets, and tire cords. However, many of these applications require the nylon resin to be in contact with water or atmospheres of varying relative humidity. Nylon 6 is strongly plasticized by water; as a result the mechanical properties of this polymer will be strongly dependent on the surrounding relative humidity.

Hygroscopy is defined as the ability of a substance to attract water molecules from the surrounding environment through either absorption or adsorption. Materials exhibit differing degrees of hygroscopicity, which can dramatically affect the mechanical viability of the material, particularly when used in a composite structure. The effect of moisture sorption on the mechanical characteristics of a material can be quantified by the Coefficient of Hygroscopic Expansion, or CHE (also referred to as Coefficient of Hygroscopic Swelling or CHS). This term is analogous to the more commonly determined Coefficient of Thermal Expansion (CTE), and is the constant which relates the dimensional change of a material to a change in the surrounding relative humidity. If materials of dramatically different CHE are combined in a composite structure, the resultant expansion differences can cause stress and/or deformation to occur. A common example where this effect can be seen is in a paperback book cover. In a humid environment, the unlaminated side of the cover will absorb more moisture than the laminated side, and the resultant increase in area will cause a stress that curls the cover toward the laminated side. This is similar to how simple bimetal strips are used as torsion springs in thermometers. It is thus important to understand the CHE of materials, to minimize potential detrimental sorptive effects.

The TA Instruments DMA-RH Accessory allows the mechanical properties of a sample to be analyzed under controlled conditions of both relative humidity and temperature. It is designed for use with the Q800 Dynamic Mechanical Analyzer. The DMA-RH accessory is an integrated unit and contains the following components:



Figure 1: The TA Instruments Q800 Dynamic Mechanical Analyzer and DMA-RH Accessory

1. The sample chamber mounts to the DMA in place of the standard furnace and encloses the sample. Peltier elements in the chamber precisely control the temperature to within $\pm 0.1^\circ\text{C}$. The sample chamber accommodates standard DMA clamps including tension, cantilever, and 3-point bending, and can be easily removed for rapid conversion back to the standard DMA furnace.
2. The DMA-RH Accessory contains the humidifier and electronics which continuously monitor and control temperature and humidity of the sample chamber. The DMA Q800 and the DMA-RH Accessory are fully software-integrated.
3. A heated vapor transfer line is maintained above the dew point temperature of the humidified gas in order to avoid condensation and provide accurate results.

The DMA-RH accessory allows for the control of temperature over the range $5\text{-}120^\circ\text{C}$, and humidity over the range $5\text{-}95\%$ RH. As such, it is well-suited to materials in which mechanical properties are of interest this temperature and humidity range.

RESULTS & DISCUSSION

A rectangular Nylon 6 sample of dimension $10.8\text{ mm} \times 12.8\text{ mm} \times 0.83\text{ mm}$ was cut from a larger sheet and placed into a single cantilever clamp on the DMA Q800. It is important to minimize the thickness of the sample to facilitate efficient water transfer throughout the polymer matrix. The sample was analyzed at a frequency of 1 Hz and amplitude of $15\text{ }\mu\text{m}$ ($\sim 0.03\%$ strain) over the temperature range $10\text{-}100^\circ\text{C}$ at a variety of constant humidity

conditions; 5%, 20%, 50% and 80% RH. The resultant storage modulus and tan delta are shown in Figure 3.

The data in Figure 3 clearly demonstrate the effect of relative humidity on the mechanical properties of Nylon 6. As expected, the increased water activity in the atmosphere allows for plasticization of the Nylon resin. Note that the most dramatic effect is seen at RH levels above 50%, where a 30% increase in RH causes an 18°C shift in the glass transition temperature (as measured by the peak in tan delta).

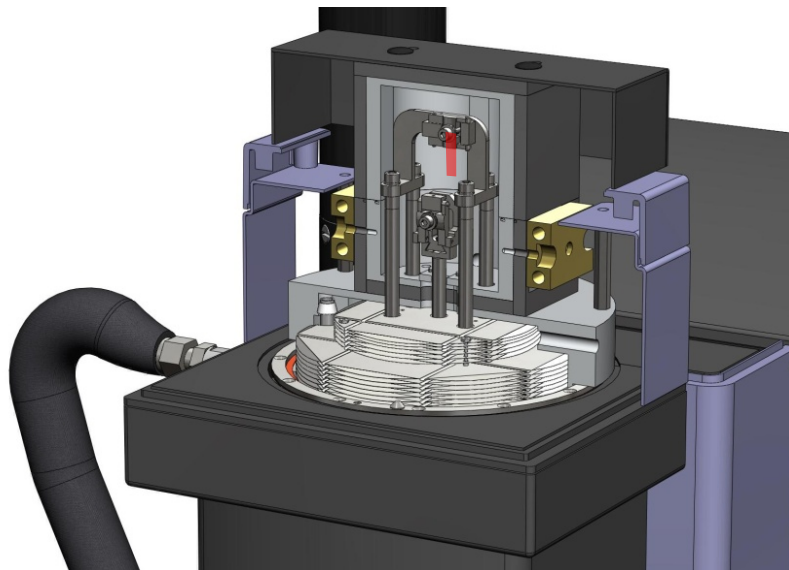


Figure 2: Sample Chamber of the DMA-RH Accessory

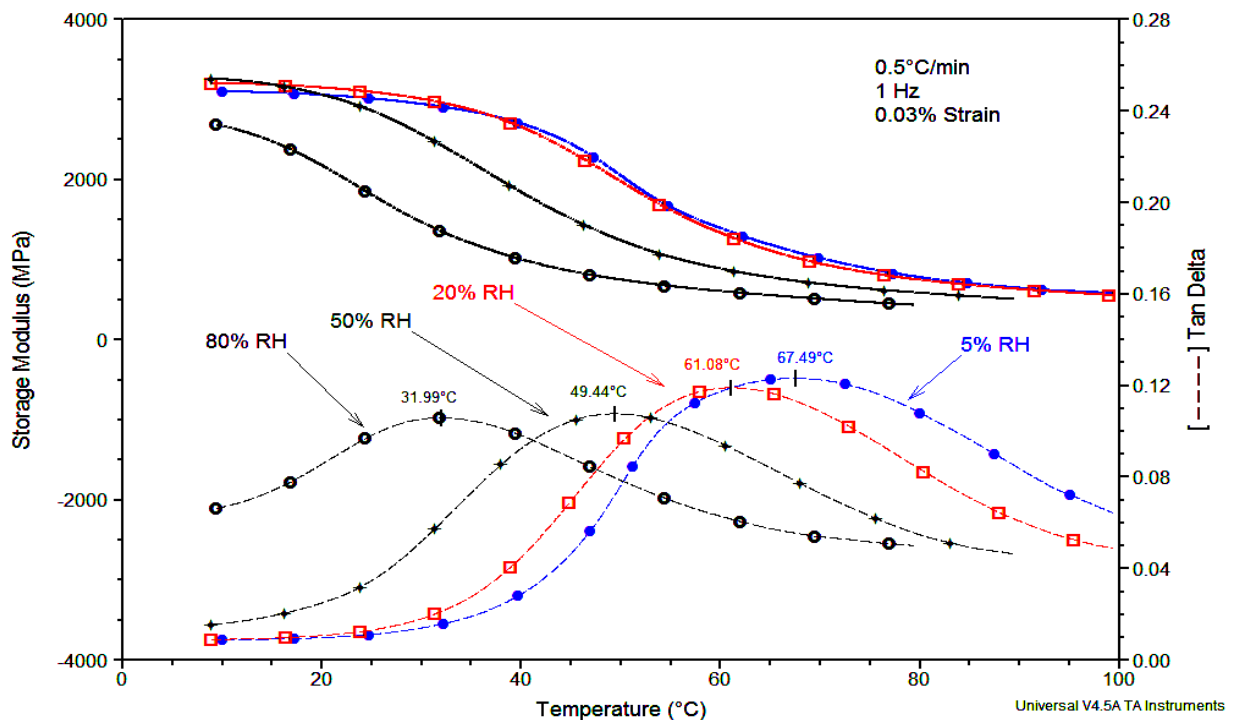


Figure 3: DMA Results for Nylon 6 at a Variety of Constant RH Conditions

The DMA-RH Accessory allows for flexibility in control of the temperature/RH combination. Experiments can also be performed under dynamic humidity control, while holding temperature constant. The data in Figure 4 contain the results Nylon 6 held isothermal at 50°C, while increasing the humidity at 0.2% RH/min¹ over the range 5-95% RH. Under these dynamic RH conditions, the glass transition of the Nylon 6 is identified by the peak in tan delta at 50% RH.

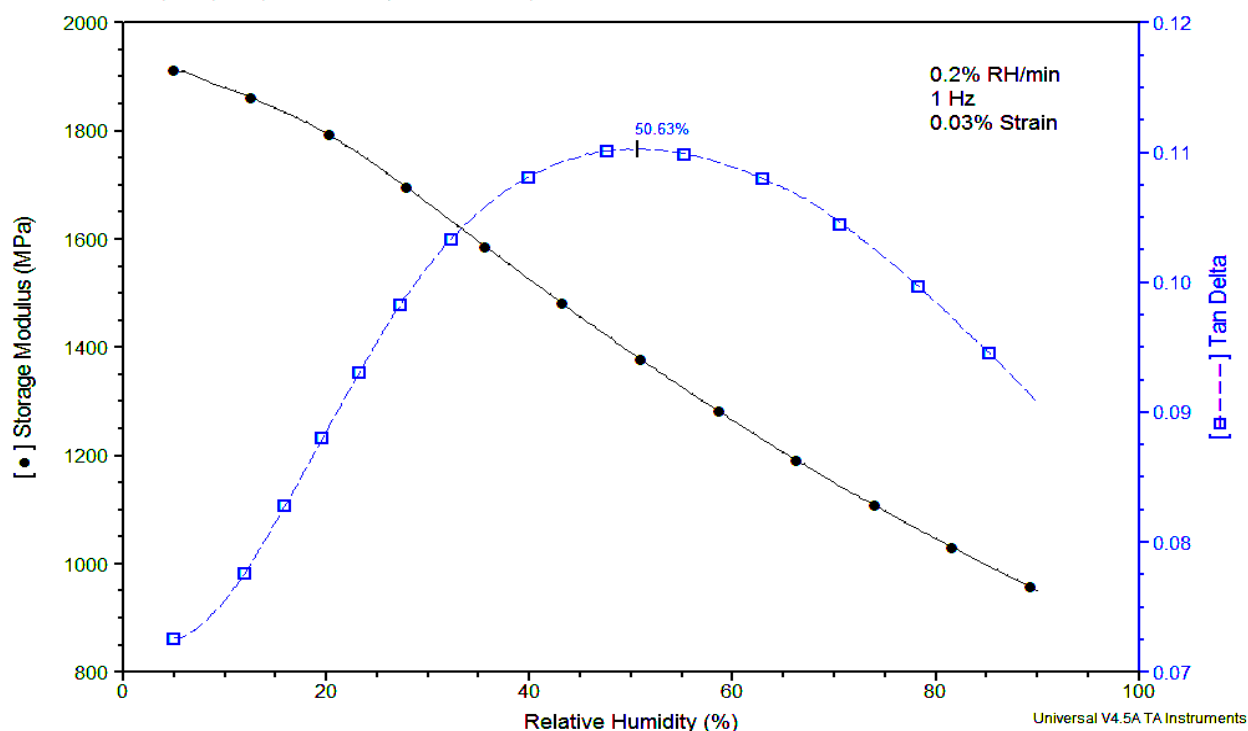


Figure 4: Glass Transition of Nylon 6 at 50°C as a Function of Relative Humidity

In addition the CHE of Nylon 6 at 25°C is determined. Nylon 6 shows significant adsorption of and is plasticized by water; as a result the mechanical properties of this polymer will be dependent on the imposed relative humidity. A thin strip of Nylon 6 (13mm x 6.4mm x 0.12mm) was cut from a sheet and mounted in a film tension clamp on the Q800 DMA. The following thermal/RH method was employed. Explanations of specific method steps are given.

- 1) Force = 0 N (removes all residual force)
- 2) Relative humidity 0.00 % (purges sample chamber with dry nitrogen)
- 3) Equilibrate at 25.00 °C
- 4) Isothermal for 120.00 min (allows for desorption of residual moisture)
- 5) Measure Length (normalized displacement after contraction to due desorption)
- 6) Data storage Off (disregards transient data)
- 7) Increment humidity 5.00 % (sets RH control)
- 8) Isothermal for 44.00 min (allows time for sample to equilibrate under set RH)
- 9) Data storage On
- 10) Isothermal for 1.00 min (collects equilibrium data)
- 11) Data storage Off

¹ The RH ramp was composed of a series of short isohume steps, 1%RH /5 min hold.

12) Repeat segment 7 for 18 times (programs RH steps up to 95%)
The resulting data (disregarding the initial drying step) is shown in Figure 5.

The data in Figure 5 show the effect of imposed relative humidity on the Nylon 6 sample. As the relative humidity is increased the sample expands. TA Instruments Universal Analysis software allows the displacement data to be normalized to the initial sample length, as is typical in CTE experiments. The resulting slope of the line is equivalent to the CHE for the material. The data is nonlinear over the entire relative humidity range, but exhibits narrow regions of linearity sufficient to calculate a representative slope. Note that Nylon 6 demonstrates an increasing CHE as relative humidity is increased. The calculated value at 35% RH is 12 $\mu\text{m}/\text{m}\cdot\%$, which more than doubles to 26 $\mu\text{m}/\text{m}\cdot\%$ at 85% RH. This is not unexpected, as Nylon 6 is known to show significant adsorption and is heavily plasticized by water.

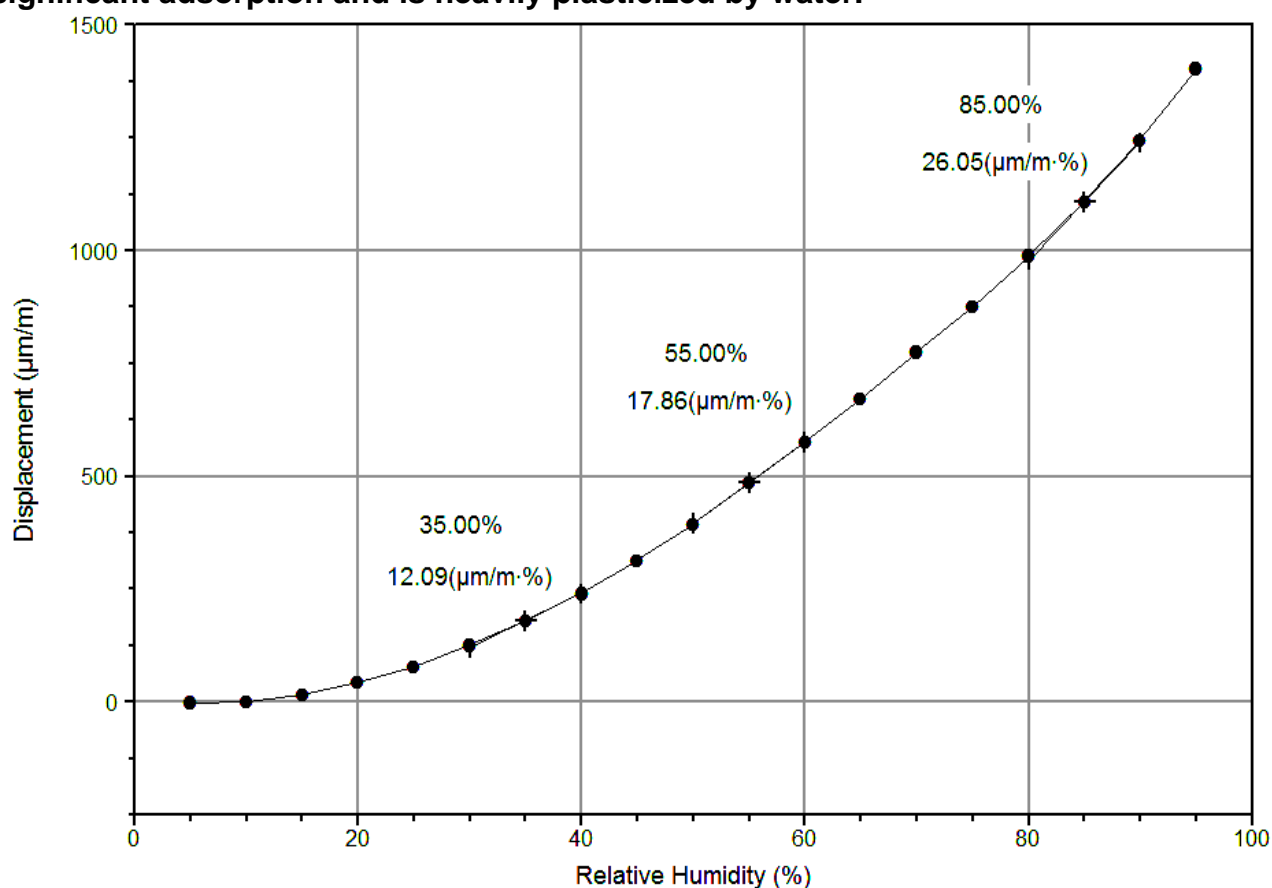


Figure 5: Coefficient of Hygroscopic Expansion Data for Nylon 6 at 25°C

CONCLUSIONS

The data presented illustrates the plasticizing effect of water on Nylon 6. The glass transition temperature of the resin is a strong function of the imposed relative humidity. It is also possible to detect an isothermal glass transition as a function of dynamic RH conditions. The TA Instruments Q800 DMA and DMA-RH Accessory provide the ideal platform for the study of relative humidity effects on the mechanical properties of polymeric materials, and the accurate and straightforward determination of CHE.



Mettler-Toledo brengt nieuwe hoge druk DSC op de markt.

HPDSC1.

De nieuwe hoge druk DSC vervangt in de markt de voorgangers DSC827HP en de DSC27..

Het instrument bevat een water gekoelde druk reactor, met een lage inertia, waardoor snelle opwarm- en koelcurven gerealiseerd worden.

De cel is extra geïsoleerd waardoor geen temperatuur gradiënten optreden en er een zeer reproduceerbare en stabiele basislijn, zelfs bij hoge druk, aanwezig is.

Met de HPDSC1 kunnen we met een PC10 aanbieden zodat er zowel druk- als flow gecon-troleerde metingen kunnen worden uitgevoerd.

Het temperatuur gebied is van 22 tot 700°C.

Opwarmingnelheden tussen 0.1 en 50K/min.

Maximale druk 10 MPa.

Op de HPDSC1 kunnen met extra accessoires ook HP DSC Chemiluminescence en HP DSC microscopie metingen worden uitgevoerd.



Meer informatie, bel en vraag documentatie aan.

Zie ook bladzijde 31

advertentie

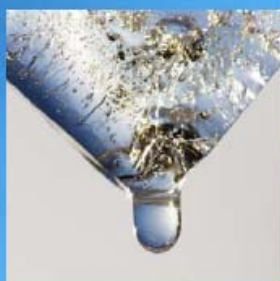
Excellence Melting Point Systems

Upgrade en bespaar

Upgrade naar de
nieuwe norm van
**melting point
determination**



Update uw lab en
bespaar op
onderhoud en
service



- ▶ One Click™
- ▶ Hoge resolutie
kleuropnames
- ▶ Veilige dataopslag
via SD of USB
- ▶ Gelijktijdige
metingen tot 6
monsters



**PROFITEER VAN 15% KORTING OP EEN NIEUW
EXCELLENCE MELTING POINT SYTEM***



Bel en vraag naar de voorwaarden

*Ruil nu uw huidige FP apparatuur in en bespaar 15% op een nieuw Excellence Melting Point System

N.V. Mettler-Toledo S.A.
Leuvensteeuweg 384
B-1932 Zaventem
0032 2334 03 34
General.mtb@mt.com

Mettler-Toledo B.V.
Franklinstraat 5
NL-4004 JK Tiel
0031 344 638 363
Contact.nl@mt.com

METTLER TOLEDO

Nieuwe Smelpunt Systemen van METTLER TOLEDO MP50-MP70-MP90

Drie verschillende modellen zijn er deze zomer geïntroduceerd als opvolgers van de bestaande FP900 en FP62 instrumenten.

Alle drie de modellen zijn uitgerust met een video camera, waardoor het resultaat niet alleen in getalvorm maar ook in een visuele waarneming wordt vastgelegd en achteraf kan worden bekeken. Dit wordt mogelijk gemaakt door 2 lichtbronnen die zowel reflecterend en licht via transmissie door de capillaire sturen.

Het zeer gebruikersvriendelijk “touch screen” toetsenbord in kleur leidt de gebruiker door de methoden en werking van het instrument.

De methode kan via een toets worden opgeroepen en uitgevoerd worden.



MP50. "Simply to the point".

Hiermee is het mogelijk om automatisch en simpel smeltpunten en smelttrajecten te bepalen

4 capillaire in een temperatuurgebied van RT – 300°C.

Video in grijstint, geen video export mogelijkheden, kan 10 resultaten opslaan.

MP70. "Best choice for maximum flexibility".

Geeft extra mogelijkheden dankzij de optimale visuele observatie

4 capillaire, RT – 350°C.

Video in kleur AVI, video export op SD card, de laatste 50 resultaten en 20 methoden kunnen opgeslagen worden.

MP90. "Melting point on the highest level".

Optimalisatie door de extra mogelijkheden met een verhoogde meet capaciteit.

6 capillaire, RT – 400°C.

Video in kleur AVI, video export op SD card, opslag van de laatste 100 resultaten en

60 methoden

Alle instrumenten voldoen aan de Europese en US normen.

Tevens is er een EQ pakket leverbaar waardoor uitgebreide systeem kwalificaties als IQ/OQ en PQ kunnen worden uitgevoerd.

**Uw Mettler-Toledo Benelux team.
Philippe Larbanois 0032-477404036**



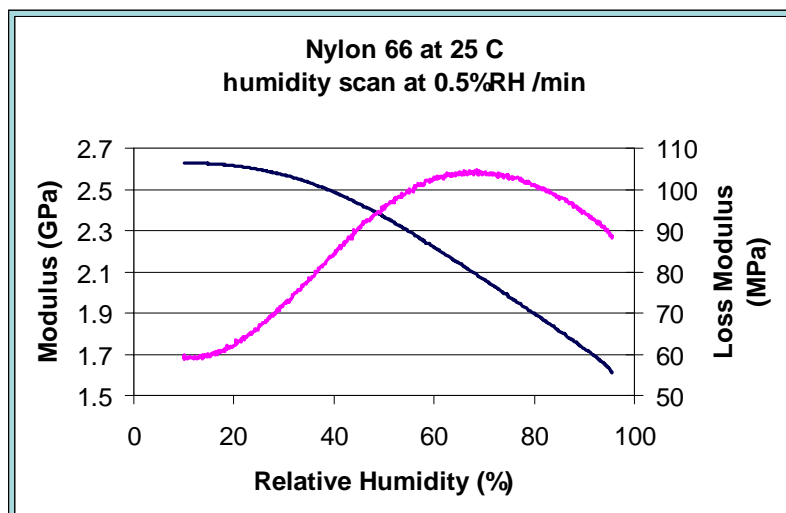
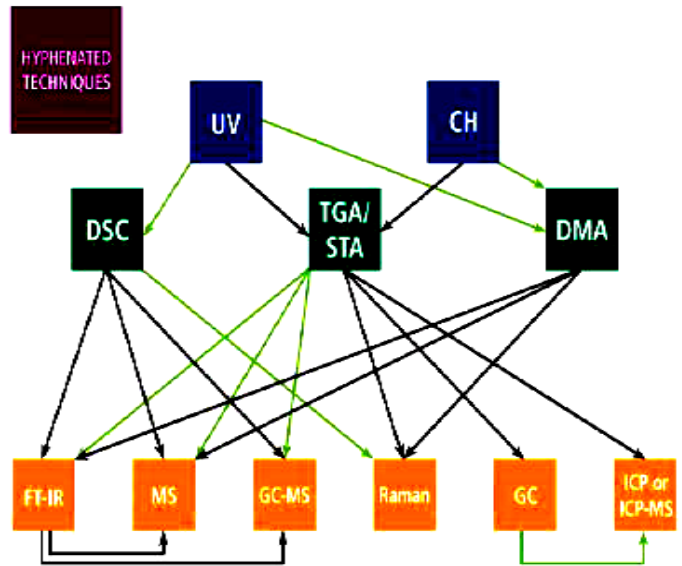
Perkin Elmer's geïntegreerde oplossingen voor gekoppelde technieken

Het inzetten van een enkele Thermische Analyse techniek als DSC, TGA of DMA is soms niet voldoende om een materiaal te karakteriseren.

Het combineren van twee of meer, al dan niet onafhankelijke, technieken in één analyse kan dan een oplossing brengen.

Mogelijke combinaties zijn:

- Aanpassen van atmosfeer rond het monster
 - CH-DMA (Controlled Humidity)
 - UV-DSC
- Evolved Gas Analysis (EGA)
 - TGA-IR
 - TGA-(GC)-MS
- Simultane analyse
 - DSC-Raman
 - DMA-NIR



CH - DMA

Dynamisch Mechanische Analyse (DMA) meet de stijfheid van een materiaal en via de afmetingen van het monster kunnen we dat uitdrukken als de modulus.

Luchtvochtigheid kan hierbij een belangrijke parameter zijn, bijvoorbeeld omdat water als weekmaker op kunststoffen en voedingsmiddelen kan inwerken.

De DMA8000 met Controlled Humidity optie kan ingezet worden voor deze applicatie.

De DMA8000 is vanwege zijn hoge mate van flexibiliteit en toegankelijkheid van de meetkamer ook te combineren met diverse andere technieken zoals UV en IR.



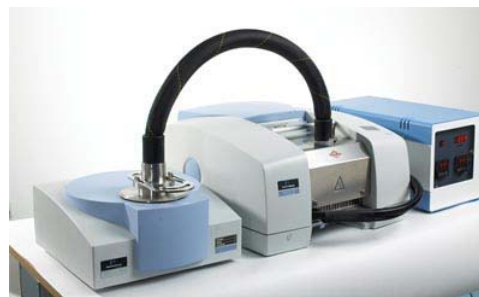
TGA - FTIR

Het koppelen van een analytisch instrument aan bijvoorbeeld de TGA en meten aan de vrijkomende gassen staat bekend als EGA Evolved Gas Analysis.

Daarbij is het van groot belang een goede koppeling te hebben tussen de TGA en de analyzer.

Bij koppeling aan FTIR is zeker ook de verwarmde gascel belangrijk. De mate waarin temperatuur, gasdruk en snelheid constant gehouden wordt is van belang.

Met het nieuwe TL8000 interface voorzien van Zero Gravity Effect Gas cell biedt Perkin Elmer de optimale koppeling voor TGA4000, STA6000 en Pyrus 1 TGA.



Perkin Elmer's geïntegreerde oplossingen voor gekoppelde technieken

TGA – (GC)MS

De koppeling van TGA aan een massaspectrometer is als EGA techniek interessant. Hoge gevoeligheid, lage detectie grenzen en de snelle meting kunnen voordelen zijn boven TGA-FTIR.



Perkin Elmer biedt met het TL2000 interface de mogelijkheid de Pyrus 1 TGA te koppelen aan de Turbomass 600 MS of de Clarus 600 GC/MS en levert ook hier een totaaloplossing.

Overlappende transitieën zijn een bekend probleem voor thermische analyse technieken en ook TGA-MS is hierop (net als TGA-FTIR) geen uitzondering. Het gebruik van GC/MS als EGA systeem kan hier de oplossing brengen, omdat niet in real-time gemeten wordt. De gassen worden eerst verzameld en daarna gefractioneerd aan de MS aangeboden.

Ook gebruikers van de TGA4000 of de STA6000 kunnen hun TGA koppelen aan een MS.

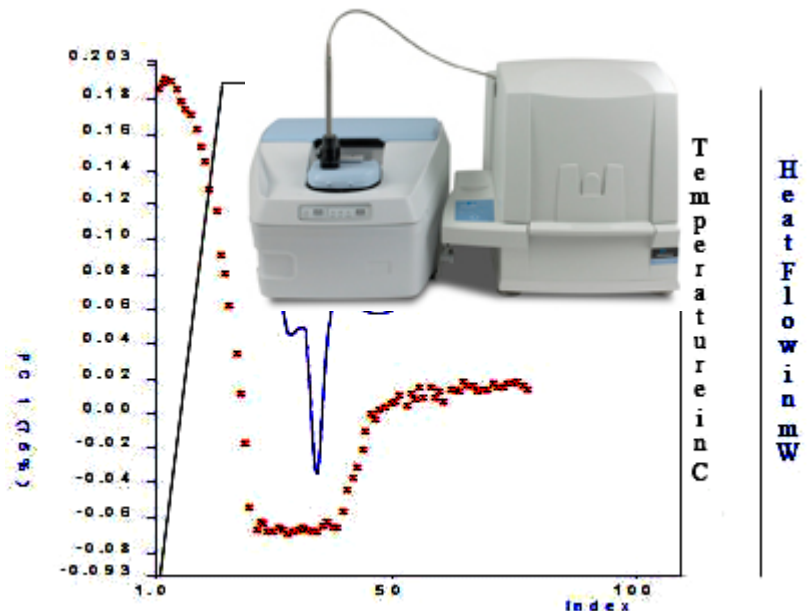
Hiervoor wordt de Hiden serie ingezet, MS systemen met massa ranges van 200 tot 1000 amu.

We zullen u hierover graag verder informeren. Vraag er gerust naar!

DSC – Raman

DSC en Raman spectroscopie zijn complementaire technieken, die in combinatie toegepast meer inzicht kunnen verschaffen op moleculair niveau over de veranderingen waargenomen in polymeren en farmaceutische materialen.

De structuurinformatie, die Raman spectroscopie geeft, komt overeen met de thermische transitieën zoals de DSC die meet.



Toepassingen zijn bijvoorbeeld te vinden in het onderzoek naar polymorf gedrag, als ook kristallisatie studies.

Technisch gezien is het gebruik van een Perkin Elmer double-furnace DSC hier van belang.

De energie die via de Raman laser het monster bereikt zal voor ongewenste opwarming kunnen zorgen. Een single-furnace of heat-flux DSC kan hiervoor niet compenseren. Het Power Compensation principe van een double-furnace DSC8000 of DSC8500 compenseert hier onmiddellijk voor.

Geïnteresseerd in deze of andere oplossingen voor materiaalkarakterisering? Neem gerust contact op met uw lokale specialisten van Benelux Scientific op dit vakgebied.



<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>

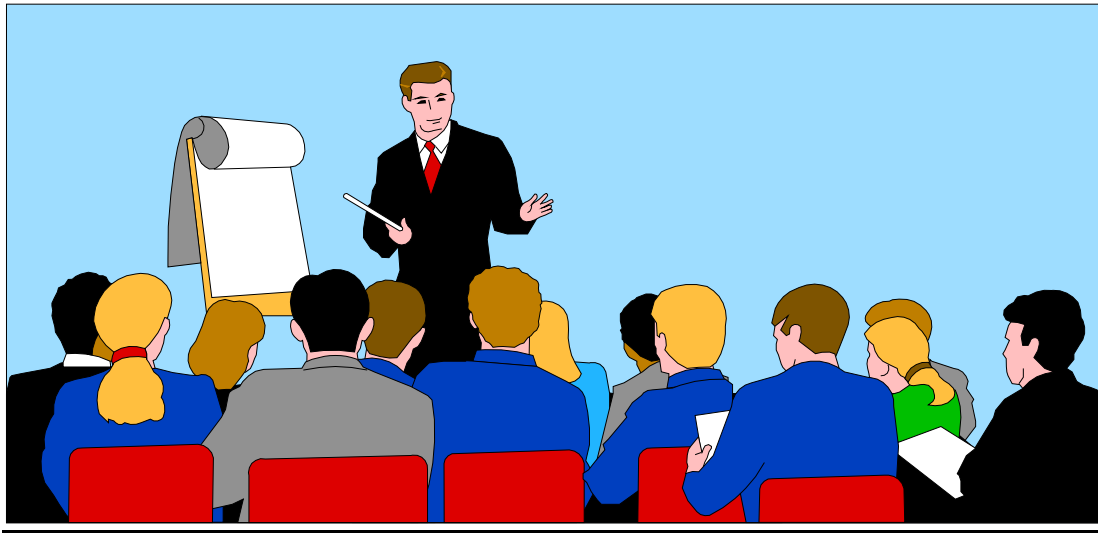
<http://www.anatech.nl>



Trainingen Thermische Analyse Najaar 2009.
Mettler-Toledo B.V.

DSC basis training Woensdag 25 November in Tiel.
TGA basis training Donderdag 26 November in Tiel.
Meer informatie zie de web site mt.com.

**NEEM DEEL AAN TAD 2009 TE NOORDWIJK EN
MELDT U TIJDIG AAN!!!**



Thermische Analyse Bulletin
Jaargang 31