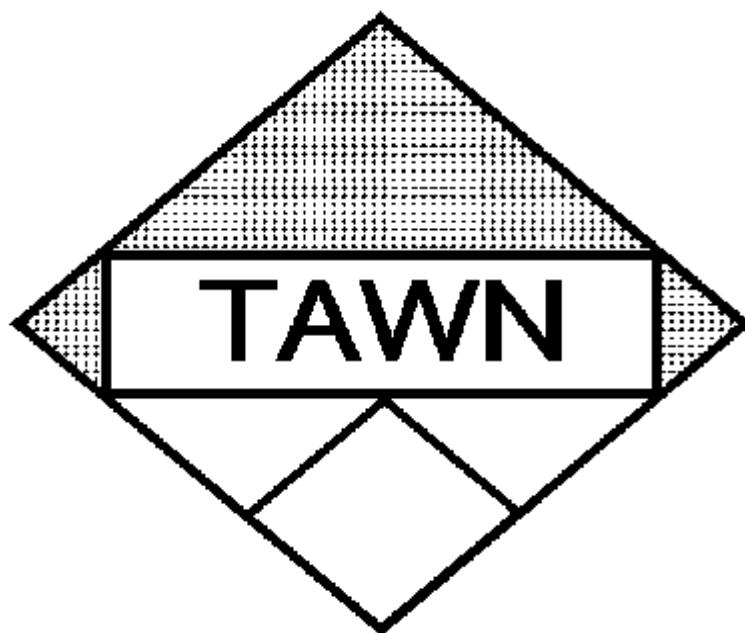


# Thermische Analyse Bulletin

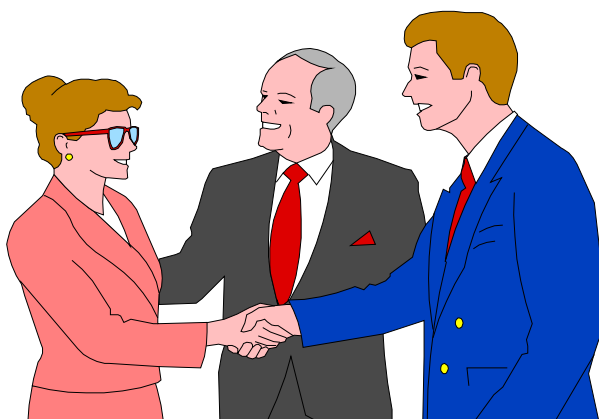
---

Het officiële orgaan van de Thermische Analyse Werkgroep Nederland oktober '04

---



**Informatie TAD 2004, Conferentie Data, Seminars,  
Cursussen, Boeken, Tijdschriften, Instrument Info**



**Zie het aanmeldingsformulier en het programma voor de TAD 2004 op blz 22 e.v.**

**Tevens nogmaals een oproep om het enquête formulier in te vullen en op de TAD 2004 bij de secretaris in te leveren (blz 29).**

## 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

Burg. Savelberglaan 54

6461 GR Kerkrade

E-mail: [thijs.pijpers@tiscali.nl](mailto: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

Door persoonlijke omstandigheden van de redacteur is het bulletin enkele weken later dan gepland.

Het is verheugend dat we al een sponsor gevonden hebben voor de TAD 20004 waardoor datum en plaats reeds vastgelegd konden worden, namelijk 26 november in Turnhout (B) dicht bij de Nederlandse grens . De sponsor is Jansen Pharmaceutica uit Beersel (B). Leden in België en Nederland worden uitgenodigd reeds na te denken over een bijdrage of deze reeds bij het bestuur kenbaar te maken.

Ook nu hebben een drietal firma's gebruik gemaakt van de advertentie mogelijkheid in het bulletin waardoor de kosten van het Bulletin ruimschoots gedekt kunnen worden.

Er zal ook een begin worden gemaakt met het plaatsen van een elektronische versie van het Bulletin op de website. Het betreft wel steeds een oudere versie.

### **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**

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

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

Ledenadministratie

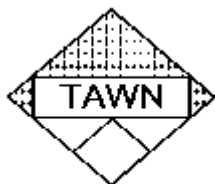
**Dr. P.J. van Ekeren, UvU  
Chemische Thermodynamica  
Groep  
Padualaan 8  
3584 CH Utrecht  
Tel.: 030 2533509  
Fax: 030 2533997  
E-mail: [ekeren@chem.uu.nl](mailto:ekeren@chem.uu.nl)**

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

**België:  
Postrek. nr. 000-1626638-45  
t.n.v.  
Penningmeester TAWN,  
Arnhem, Nederland.**

### **Inhoudsopgave:**

- 1. Informatie en aanmeldingsformulieren TAWN.**
- 2. TA Websites.**
- 3. Congressen, Symposia, Seminars.**
- 4. TA firma's: seminars en apparatuur, persberichten, advertenties, etc.**
- 5 Boeken en tijdschriften.**
- 6. TAD 2004: Programma + route-beschrijving en aanmeldingformulier**
- 7. Enquête formulier voor cursussen TAWN.**
- 8. DSC or STA (An open question in the field of Thermal Analysis)  
Een bijdrage van Technex/Netzsch**
- 9. Calibranten.**
- 10. Recente TA boeken (Elsevier)**



## **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-PML

Pyrotechniek en Energetische materialen

Postbus 45, 2280 AA Rijswijk.

Telefoon: 015-2843580 E-mail: [klerk@pml.tno.nl](mailto:klerk@pml.tno.nl)



## **@ TA Websites: o.a.**

### **Firma's:**

<http://www.analyte.nl>

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

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

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

<http://www.tainst.com>   [http://www.tainst.com/belgium\\_events.html](http://www.tainst.com/belgium_events.html)

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

<http://www.mt.com/mt/homepage/index.jsp>

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

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

<http://www.ankersmid.com>

### **TA Organisations:**

<http://www.ictac.org/>

<http://www.stk-online.ch/>

<http://afcat.org/>

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

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

<http://www.gefta.uni-freiburg.de/de/index.php>

[http://www.iupac.org/index\\_to.html](http://www.iupac.org/index_to.html)

### **Diversen:**

<http://www.psrc.usm.edu/macrog/dsc.htm>

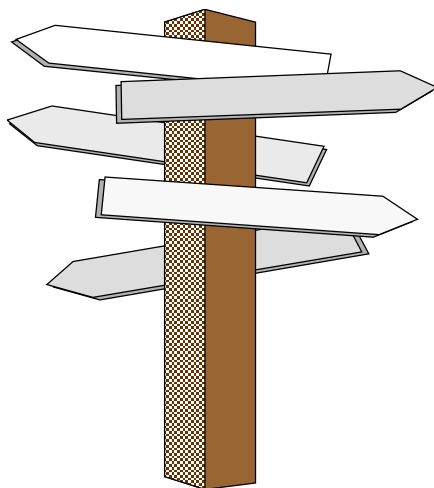
<http://www.chemistry.ohio-state.edu/~gallaghe/ta/ta.htm>

<http://www.thermalanalysis.com/home/index.asp>

<http://www.ptb.de>

<http://web.utk.edu/~athas/>

## CONGRESSEN, SYMPOSIA, CURSUSSEN, SEMINARS



### **HET Instrument in Utrecht, Nederland**

2 tot 5 november, Utrecht

### **Thermal Analysis of Composites & AGM**

BAE Systems, Filton, 19th November 2004

### **16. Ulm-Freiberger Kalorimetrietage,**

16-18 mars 2005, Freiberg (Duitsland)

### **International Seminar on Physics and Chemistry of Materials**



27 - 29 April 2005

Meknes – Morocco

REMCES 10

Faculty of Sciences

Department of Chemistry

UFR "Inorganic Materials Science"

B.P. 4010-Beni M'hamed

Meknes – Morocco

**Phone** : +212 (0) 55 53 73 21 (Extension:121)

**Fax** : +212 (0) 55 53 68 08

**GSM** : +212 (0) 61 77 36 89

**E-mail** : [remces10@fsmek.ac.ma](mailto:remces10@fsmek.ac.ma)

**http**://[www.fsmek.ac.ma/remces10](http://www.fsmek.ac.ma/remces10)



**34. Annual International Conference on Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry (CALPHAD-34)**

Utrecht, NL, 5. Mai 2005

**Congrès Français de Thermique**

30 Mai-2 Juin 2005, Reims (France)  
Secrétariat scientifique SFT 2005 UTAP/LTM  
Faculté des sciences BP 1039  
51687 Reims (Frankrijk)  
e-mail : [sft2005@univ-reims.fr](mailto:sft2005@univ-reims.fr)

1<sup>st</sup> Announcement

# TAC2005

## Thermal Analysis and Calorimetry: Thoroughbred or Hybrid

6 – 7 April 2005

John Innes Centre, Norwich, UK



A two day meeting organised by the Thermal Methods Group of the Royal Society of Chemistry. This is the annual meeting of the Thermal Methods Group and this year focuses on both traditional thermal analysis and calorimetry, and analytical techniques where a combination of thermal analysis and other techniques are applied. There are invited plenary and contributed oral sessions as well as a poster session.

This meeting will be relevant to experienced researchers as well as those beginning their career in TAC.

Applications include:

- Pharmaceuticals
- Chemistry
- Food Science
- Biochemistry
- Polymer Sciences
- Environmental Science





## **TA Instruments Cursussen**

We willen u graag attent maken op de thermische analyse en rheologie cursussen die TA Instruments dit jaar nog organiseert in Benelux:

- **16-17 november:** DSC training (basic)
- **30 november:** MDSC training (advanced)
- **30 november :** rheologie training (basic)
- **1-2 december :** rheologie training (advanced)

In het volgende bulletin vindt u het overzicht voor 2005 cursussen.

Iedereen met belangstelling voor thermische analyse en/of rheologie is welkom. Gelieve in dat geval zo snel mogelijk contact op te nemen met Rudolf Mollema of Els Verdonck, telefonisch op het nummer (+31) 076 508 72 70 of via mail naar [netherlands@tainstruments.com](mailto:netherlands@tainstruments.com). Het aantal inschrijvingen is immers beperkt !



## **Thermische Analyse Seminars and workshops Technex/Netzsch**

### **November 2004**

|                  |                                                |
|------------------|------------------------------------------------|
| 9 - 11 November  | STA 409/449 - Intensive course Selb, Germany   |
| 22 - 24 November | Dynamic Mechanical Analysis - Intensive course |
| 24 - 25 November | Dynamic Mechanical Analysis - Users' Meeting   |

### **December 2004**

Wij hebben het genoegen u uit te nodigen voor een Seminar "Heat transfer in modern applications" op 2 december in Aken.

Dit seminar is gratis en zal worden gehouden in de Engelse taal:

|            |                 |
|------------|-----------------|
| 8 December | Software course |
|------------|-----------------|



### **Aardig:**

Op de KU Leuven een bijna 15 jaar oude dichtheidsmeter overgenomen van een firma. Helaas ontbrak de handleiding maar was de leverancier bekend van destijds: Ankersmid BV. Deze was geen vertegenwoordiger meer maar bezorgde desondanks zonder enige kosten op korte termijn een nieuwe handleiding.

**TA Instruments' Training Courses.**

This 2-day training is designed for the operator to get the most out of his DSC. It includes a theoretical and a practical part. The practical part is based on the Q-series DSC.

**DSC Basic Training, Tuesday November 16, 2004**

- 09.15 – 09.30 Registration - coffee
- 09.30 – 12.00 Introduction technique and instrumentation
  - Thermodynamic principles
  - Design of an experimental method
  - Calibration: theory and practical work
- 12.00 – 13.00 Lunch
- 13.00 – 16.30 Optimisation of experimental conditions
  - (purge gas, sample preparation, choice of pan type, heating & cooling rate, maintenance): theory and practice
- 16.30 – .... Question session

**DSC Basic Training, Wednesday November 17, 2004**

- 09.15 – 09.30 Registration - coffee
- 09.30 – 12.00 Measuring conditions for typical material classes
  - The glass transition temperature: theory and practical work
  - Melting and crystallisation: theory and practical work
- 12.00 – 13.00 Lunch
- 13.00 – 16.30 Heat capacity
  - Hints for optimum use of data analysis software
  - Introduction to Modulated DSC
- 16.30 – .... Question Session

**Practical Information**

- Location: Application lab TA Instruments  
**Raketstraat 60 rue de la Fusée**  
B-1130 Brussel
- Language / notes: The course language will be English.  
Notes will be provided at the start of the first course day.
- Registration fee: Registration fee is 350 Euro per day per person.  
(Lunch is included.)

## *Thermische Analyse Bulletin*

---

Participation is free of charge for users who recently bought new equipment, with a maximum of 2 persons (excluding optional hotel fare).

Universities / schools receive 100 Euro discount on the registration fee per course day.

An invoice for course registration (if applicable) will be send after the course.

Hotel: If desired we can make a hotel reservation for you or provide you with information of hotels located close to our office.

Hotel expenses are additional and to be paid directly at the hotel reception.

For all additional questions please contact Katia Van Praet at:

B: +32-2-7060080 or

NL: +31-76-5087270

### **Registration Form**

Mail to [belgium@tainst.com](mailto:belgium@tainst.com) or [netherlands@tainst.com](mailto:netherlands@tainst.com)

or fax to +32-2-7060081 or +31-76-5087280

**Name :**

**Company :**

Department :

Address :

ZIP Code :

City :

Phone :

Fax :

E-mail :

I want to register for ☐ Basic DSC Training on November 16-17, 2004

**Please make hotel reservation on** ☐ **15-11-2004** ☐ **16-11-2004**

Registration fee for the course:

☐ Free of charge (user of new equipment)

☐ 2 x 350 Euro

☐ University / school discount (100 EURO per day)

**As a confirmation of your registration you will receive a road description to our application lab, and if applicable more details with respect to the hotel.**

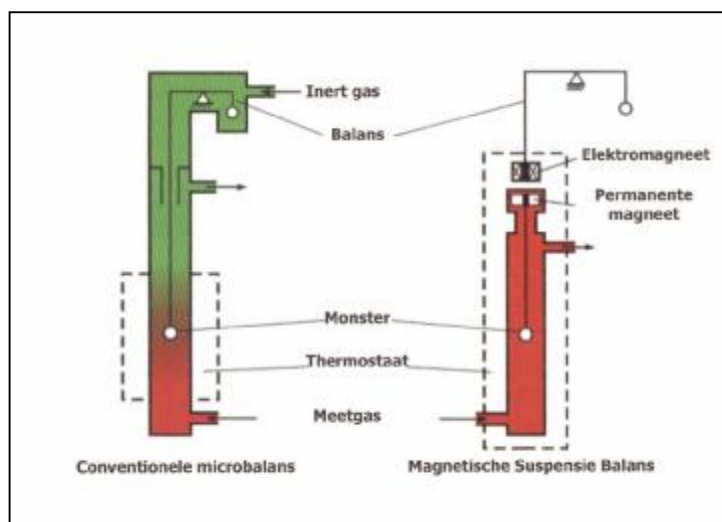
### **Info over de magnetische suspensiebalans door de firma BENELUX-SCIENTIFIC.**

#### **Magnetische suspensiebalans**

Een geweldig meetprincipe geeft onderzoekers de mogelijkheid om zeer nauwkeurige contactloze metingen te doen aan gewichtsveranderingen van een monster door de wand van een gesloten monsterkamer. De zogenaamde magnetische suspensiebalans is het resultaat van een meer dan 10 jaar durend onderzoek uitgevoerd door de grote Duitse universiteiten in samenwerking met Rubotherm Präzisionsmeßtechnik GmbH. Sleutelfiguur binnen dit onderzoekskader is Rubotherm's managing director, Dr. Hans Wilhelm Lösch.

#### **RUBOTHERM weegt door wanden met de Magnetische Suspensiebalans**

Gravimetrie, of gewichtsbepaling door gebruik van de zwaartekracht van de aarde, heeft altijd een belangrijke rol gespeeld in de bepaling van de fysische en chemische eigenschappen van processen. Binnen dit kader speelt het wegen van monsters binnen een geconditioneerde omgeving, zoals hoge temperatuur, hoge druk, vacuüm, corrosieve media etc. een belangrijke rol. Volgens Wilhelm Lösch hebben onderzoekers en engineers een grote trukendoos aan gravimetrische instrumenten opengetrokken om dit soort onderzoek te kunnen realiseren.



Normaliter bestaat een conventionele thermogravimetrische balans uit een microbalans, een meetcel en een oven, die zorgt dat het monster wordt verwarmd volgens een voorgeprogrammeerde temperatuurtraject. Om de gevoelige meetapparatuur te beschermen tegen de agressieve reactiegassen wordt inert gas door het systeem gevoerd. Hierdoor zijn vaak de thermogravimetrische instrumenten qua ontwerp erg gecompliceerd. Condensatie, zuiverheid van het gas en andere atmosferische factoren hebben een bewezen negatieve invloed op de nauwkeurigheid van de instrumenten. Omdat deze conventionele technieken

gecompliceerd, niet flexibel, moeilijk in gebruik en duur zijn hebben Lösch en zijn collega's gezocht naar alternatieve oplossingen.

Hun alternatief, de magnetische suspensiebalans, lost de problemen met conventionele technieken op door de meetcel volledig af te scheiden van het meetgedeelte. Hierbij wordt het monster niet direct aan het meetgedeelte gehangen maar aan een volledig vrijhangende permanente magneet, die op zijn beurt magnetisch wordt gekoppeld aan een elektromagneet, die aan de balans hangt. Deze magnetische suspensiekoppeling geeft als het ware de kracht vanuit de meetkamer door aan de, in atmosferisch condities bevindende, microbalans, zonder daarmee contact te maken.

Volgens [Lösch](#) maakt de nieuwe magnetische suspensiebalans het mogelijk om gravimetrische experimenten uit te voeren met nagenoeg ieder materiaal binnen een breed gebied aan temperaturen en drukken. Het applicatiegebied gaat daarmee veel verder dan fundamenteel onderzoek en materiaaltesten. De techniek is ook toepasbaar in vele industriële applicaties zoals polymeeronderzoek, corrosiestudies, opslag van waterstofgas voor brandstofcellen, etc.

Rubotherm heeft meer dan tien verschillende versies van de gepatenteerde Magnetische Suspensie Balans ontwikkeld. Zo is er een kwarts versie voor gravimetrische experimenten in zeer corrosieve atmosferen of een metalen versie voor drukken tot 1000 bar of ultrahog vacuüm. Daarbij kunnen monsters van 100 gram gewogen worden met een resolutie van 1 microgram. De suspensiekoppeling zelf is resistent tegen temperaturen tot 750 K. Voor hogere temperaturen wordt dit gedeelte thermisch 'ontkoppeld' van de hete monstercel.



De instrumenten van Rubotherm zijn zeer betrouwbaar en hebben een zeer lange-termijn stabiliteit. [Dit](#) wordt gerealiseerd door de mogelijkheid om tijdens de meting de balans te tareren en kalibreren. Hierdoor is het voor de wetenschapper mogelijk metingen te verrichten onder een gereguleerde atmosfeer, vergelijkbaar met een normale weegprocedure in een laboratorium onder normale condities.

Volgens Dr. Hans Wilhelm Lösch heeft Rubotherm zichzelf ten doel gesteld hun klanten te voorzien van de perfecte balans voor hun applicatie. De 'standaard' versies van de balansen kunnen daarbij omgebouwd worden tot custom-made oplossingen voor drukken tot bijvoorbeeld 2000 bar en temperaturen tussen -250 en 2000 C. Ook klanten die op zoek zijn naar andere custom-made oplossingen vinden in Rubotherm hun partner in nieuwe uitdagingen.

## Eindejaarsactie Mettler-Toledo B.V. STAR<sup>e</sup> software voor thermische analyse



Geachte klant,

### **Update uw software nu en maak gebruik van een aanzienlijke korting van 25% !!!**

Mogelijk werkt U momenteel nog met de Windows NT gebaseerde STAR<sup>e</sup> software. Enkele maanden terug heeft METTLER TOLEDO versie 8.10 geïntroduceerd. Deze versie heeft Windows 2000 of Windows XP als platform.

Voordelen zijn : Betere mogelijkheden om aan intern netwerk te koppelen.

Automatische backup maken, zonder afkoppelen van de modules, met de mogelijkheid van programmering (geplande taken).

Stabieler Ingres database

Zoals U weet is de STAR<sup>e</sup> software modulair van opbouw, wat betekent dat U bij de aanschaf van uw TA systeem een passende configuratie hebt gekozen.

Mogelijk hebt U in de afgelopen periode wel eens andere evaluaties willen uitvoeren die niet mogelijk waren, omdat de betreffende software ontbrak.

Dan is dit het moment om met aantrekkelijke korting uw mogelijkheden uit te breiden.

Het aantal opties is omvangrijk en samengebracht in een vernieuwde brochure.

Enkele voorbeelden:

- à Method Window voor de ontwikkeling van een methode met meer mogelijkheden voor checks en justeringen, data interval, segmenten etc.
- à specifieke opties zoals:
  - § het berekenen van warmte capaciteit (Specific Heat)
  - § het bepalen van zuiverheid volgens Van't Hoff (Purity)
  - § temperatuur gemoduleerde methode (ADSC)
  - § kinetiek programma's zoals Advanced Model Free Kinetics

Vraag de brochure bij ons aan of kijk op [www.mt.com/ta](http://www.mt.com/ta).

Als U interesse heeft, maak het kenbaar! We nemen dan graag contact met U op. Profiteer nu van deze gunstige mogelijkheid en haal meer uit uw TA systeem!

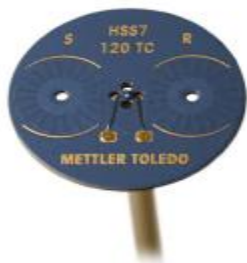
Hoogachtend, namens Mettler Toledo B.V

Ko Schaap

Hay Berden.

Sales Applicatie Specialisten.  
Materials Characterization.





### HSS7: spectaculaire doorbraak in DSC-meet-technologie.

De sensor is het hart van elke DSC meetcel.

De ideale DSC sensor heeft een hoge gevoeligheid, een hoge resolutie, een perfecte basislijn en is bij dit alles ook zeer robuust en betrouwbaar.

Met de conventionele ontwerpen en technieken is het onmogelijk om al deze eigenschappen te bundelen in één sensor.

De unieke MultiSTAR™ FRS5 (Full Range) en **nieuwe HSS7 (High Sensitivity)** sensoren realiseren deze doelstelling op basis van een vernieuwend en ingenieus ontwerp.

De niet te evenaren prestaties zijn het gevolg van verscheidene bijzondere technologische ontwikkelingen:

- **Film druktechnologie:** maakt het mogelijk om de thermokoppels in dunne lagen aan te brengen, met een keramische toplaag ter bescherming.
  - à Robuust en ongevoelig voor contaminatie.
- **Thermische versterker techniek:** versterkt het originele signaal door gebruikt te maken van een groot aantal thermokoppels.
  - à FRS5: 56 thermokoppels (leveren samen 330  $\mu$ Volt/K).
  - à HSS7: 120 thermokoppels (leveren samen 1200  $\mu$ Volt/K).
- **Stervormig ontwerp:** meet 360° rondom elk cupje (meervoudige  $T_0$  meting) hetgeen drift elimineert en resulteert in vlakke basislijnen.
  - à FRS5: 2 sterren voor netto warmtestroom meting.
  - à HSS7: 12 sterren voor netto warmtestroom meting.
- **Meerlagentechnologie:** verdere verhoging van het aantal thermokoppels waardoor de gevoeligheid enorm toeneemt.
  - à FRS5: thermokoppels in één laag aangebracht op keramisch substraat.
  - à HSS7: thermokoppels in drie lagen aangebracht op aangepast keramisch substraat waardoor quasi volumetrisch (3D) gemeten wordt met extreem lage ruis.

De METTLER TOLEDO MultiSTAR™ DSC sensoren combineren eigenschappen die traditioneel als tegengestelden gezien worden zoals hoge gevoeligheid en hoge resolutie. De nieuwe technologie levert intrinsiek vlakke basislijnen en robuustheid.

Voor meer informatie kunt u contact opnemen met Mettler-Toledo B.V.



(advertentie Mettler)



www.mt.com/TA

METTLER TOLEDO  
FP82HT Hot Stage

## METTLER TOLEDO solutions for thermo-optical analysis (TOA)

Largest range for combined thermal analysis (TA) - microscopy techniques



### (HP)DSC - MICROSCOPY

HPDSC827e with accessory for reflectance microscopy to observe physical changes (e.g. phase transitions, shrinkage) and simultaneously measure the thermal behaviour by using a special CCD camera on top of DSC furnace.



### HP DSC-CHEMILUMINESCENCE

With HP-DSC-CL combination, it is possible to observe the degradation and to simultaneously measure the thermal behaviour.



### HOT STAGE (FP82HT/84HT)

The FP82 HT+microscope : easy-to-use and precise thermal measuring cell for visual sample inspection. It gives information on structure, morphology, colour.  
The FP84HT : simultaneous visual observation and DSC heatflow measurements.

**N.V. Mettler-Toledo S.A.**  
Leuvensesteenweg 384  
B - 1932 Zaventem  
Tel. +32 (0)2 334 02 11  
Fax. +32 (0)2 334 03 34  
TA.MTB@mt.com

**METTLER TOLEDO**

**Mettler-Toledo B.V.**  
Postbus 6006  
NL - 4000 HA Tiel  
Tel. +31 (0) 344 63 81 38  
Fax. +31 (0) 344 63 83 95  
nlsales@mt.com

### Nieuws van PerkinElmer , Thermische Analyse :

- Nieuwe Brochure van de Diamond DSC inclusief details en achtergronden over HyperDSC.
- Zojuist verschenen nieuw artikel in “ American Laboratory “ augustus 2003:  
“ A high-Sensitivity, High-Speed DSC Technique: Measurement of Amorphous Lactose” , by Paul Gabbott, Paul Clarke, Tim Mann, Paul Royall and Sukhraj Shergill.  
Abstract : The study of the amorphous content of pharmaceutical materials has been of great interest for many years. However, it has often been difficult to quantify very low levels of amorphous content using DSC because of the small energy changes associated with the measurement of the Tg at these low levels. As a consequence, other techniques have been preferred for this measurement, such as moisture sorption and solution calorimetry. The disadvantage of these techniques is their time-consuming nature. Recently, a DSC technique has been shown to give greatly increased sensitivity of DSC measurement. HyperDSC allows the clear characterization of weak transitions such as the Tg of the type found in materials of low amorphous content.
- Diamond TG/DTA nu ook toegetreden tot de Pyris for Windows family qua sturing en datahandling. Vanaf Pyris rev. 6.0 .

**Nik Boer**

**Sales Noord Nederland**

**Teamleader Academic & Biotech The Netherlands**

**Thermal Analysis LineLeader Europe**

**PerkinElmer Life and Analytical Sciences**

**P.O.Box 5205**

**9700 GE Groningen**

**The Netherlands**

**Telefoon: 0800-0234490**

**Fax: 0800-0234491**

**Mobiel: +31-6-54981397**

**e-mail: [nik.boer@perkinelmer.com](mailto:nik.boer@perkinelmer.com)**

**Homeoffice fax : +31-182-380070**

**[www.perkinelmer.nl](http://www.perkinelmer.nl)**

**[www.perkinelmer.com](http://www.perkinelmer.com)**

**[www.hyperdsc.com](http://www.hyperdsc.com)**



**Hot performance  
at cool prices.**

Purchase a **Pyris 6 DSC thermal analysis** system from PerkinElmer and receive a **cooling device and one-year supply of sample pans - FREE!**

Performance you can count on at a price that  
**won't make you sweat.**



Receive a cooling device plus one-year supply of sample pans **FREE** when you purchase a Pyris™ 6 DSC thermal analysis system before December 17, 2004!\*

Ideal for routine QA/QC analysis yet sophisticated and robust enough for R&D laboratories, the Pyris 6 DSC system includes:

- Pyris 6 thermal analyzer with built-in mass flow controller
- Pyris Software Manager for maximum flexibility and productivity of your thermal analysis techniques

Don't miss out on this limited-time offer.  
Order your Pyris 6 DSC system today!

Visit [www.perkinelmer.com/lasoffices](http://www.perkinelmer.com/lasoffices)  
to contact a local thermal analysis specialist.

\* Offer ends December 17, 2004. Year supply limited to 1,200 standard aluminum pans and covers. Offer cannot be combined with any other promotion or discount.

©2004 PerkinElmer, Inc.



**TA-Boeken o.a.:**

**Properties of Polymers**

**v. Krevelen** Third Completely Revised Edition Elsevier

**Thermal Characterization of Polymeric Materials**

2<sup>nd</sup> edition, edited by Edith Turi, Academic Press, 1997.

**Calorimetry and Thermal Analysis of Polymers**

V.B.F. Mathot, Hanser, 1994

**Differential Scanning Calorimetry, An Introduction for Practitioners**

G.W.H. Hohne, W. Hemminger & H.-J. Flammersheim Springer-Verlag 1996

**Thermal Methods of Analysis**

Peter J. Haines, Blackie Academic & Professional, 1995

**Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol 1: Principles and Practice**

edited by Michael Brown and published by Elsevier in 1998.

**Characterisation of Polymers by Thermal Analysis**

W. Groenewoud Elsevier 2001

**Thermal Analysis of Foods**

V.R. Harwalker and C.Y. Ma, Elsevier Applied Science Food Science series, 1990

**Purity Determination by Thermal Methods**

R.L. Blaine and C.K. Schoff, ASTM Publications, ASTM Number 04-838000-40, 1984.

***Zie voor een serie recente boeken van Elsevier de laatste pagina.***

**TA Tijdschriften o.a.:**

**Thermochimica Acta** (inhoudsopgave decembern timer):

[www.elsevier.com/locate/tca](http://www.elsevier.com/locate/tca)

[www.sciencedirect.com/science/journal/00406031](http://www.sciencedirect.com/science/journal/00406031)

1 Dolomitic limes: evolution of the slaking process under different conditions • ARTICLE

2 Mechanism and kinetics of thermal decomposition of zinc oxalate • ARTICLE

3 Influence of functionalization on interaction and drug release from  $\alpha,\beta$ -polyaspartylhydrazide derivatives to a biomembrane model: evaluation by differential scanning calorimetry technique • ARTICLE



**4 Studies of viscosities of dilute solutions of alkylamine in non-electrolyte solvents: I. Aliphatic and aromatic hydrocarbons • ARTICLE**

**5 An empirical equation for the enthalpy of vaporization of quantum liquids • ARTICLE**

**6 Excess molar volumes and enthalpies of the ternary system (2-butanol + 1,3-dioxolane + *n*-hexane) at 298.15 and 313.15 K: Experimental values and ERAS model calculations • ARTICLE**

**7 A modulated DSC characterization of morphology of composite latex particles • ARTICLE**

**8 Speciation of phytate ion in aqueous solution: Thermodynamic parameters for protonation in NaCl • ARTICLE**

**9 Thermal stability of  $\text{Cu}_{0.3}(\text{SSe}_{20})_{0.7}$  chalcogenide glass by differential scanning calorimetry • ARTICLE**

**10 Hazard evaluation of self-decomposition materials by the combination of pressure and heat flux measurements • ARTICLE**

**11 Calorimetric study on two biphenyl liquid crystals • ARTICLE**

**12 The principle of micro thermal analysis using atomic force microscope • ARTICLE**

**13 Effects of oxidative treatments with air and  $\text{CO}_2$  on vapour grown carbon nanofibres (VGCNFs) produced at industrial scale • ARTICLE**

**14 Heat treatment and thermally induced crystallization of glass for glass ionomer cement • ARTICLE**

**15 Thermal behavior of  $\text{K}_2\text{MSi}_3\text{O}_9 \cdot \text{H}_2\text{O}$  with the structure of umbite ( $\text{M} = \text{Sn}$ ) and kostylevite ( $\text{M} = \text{Pb}$ ) minerals • ARTICLE**

**16 Thermophysical characterization of two-component, nano-heterogeneous epoxy networks • ARTICLE**

**17 Thermal history effects on crystallisation and melting of poly(3-hydroxybutyrate) • ARTICLE**

**18 Thermal decomposition and molecular structure of 5-aminotetrazolium nitrate • ARTICLE**

**19 Reduction of  $\text{PbSO}_4$  by  $(\text{CO} + \text{CO}_2)$  mixture • ARTICLE**

**20 Correlation of thermal and spectral properties of zinc(II) complexes of pyridinecarboxylic acids with their crystal structures • ARTICLE**

**Journal of Thermal Analysis and Calorimetry** (voor de inhoudsopgave nog geen toesteming) >><http://www.kluweronline.com/issn/1418-2874/current>



THERMISCHE ANALYSE WERKGROEP NEDERLAND

## **Programma TAD-2004**

Locatie : Janssen Pharmaceutica, Turnhout (B)

Datum : 26 november 2004

(Routebeschrijving: zie volgende pagina)

- 09.30 uur      Ontvangst met koffie
- 10.00 uur      Opening door dr. P.J. van Ekeren, voorzitter TAWN
- 10.05 uur      **Thermal Analysis, Polymorphism & Biopharmaceutics within Johnson & Johnson PRD : S. Stockbroeckx**
- 10.20 uur      **Hot stage-Raman microscopy as a hyphenated technique for investigation of the thermodynamics of samples: a feasibility study: D. Cleeren**
- 10.45 uur      Koffie / Thee
- 11.15 uur      **Julen Ibarretxe Uriguen (KU Leuven), "Fractionated and homogeneous nucleation in waterborne polymer dispersions"**
- 11.45 uur      An Hardy (LUC Diepenbeek), *"Toepassing van gekoppelde thermische analysetechnieken in de synthese van een fasezuiver ferro-electrisch multimetaal oxide "*
- 12.10 uur      **Gertjan Herder (TNO-PML), "Ageing process of nanoclay reinforced binder material, investigated by DMA"**
- 12.35 uur      Lunch
- 14.00 uur      **Ch. Mayoux (Seteram, France), "The thermally stimulated current (TSC) technique and its domain of application"**
- 14.25 uur      **Ko Schaap (Mettler Toledo B.V.), "Ontwikkelingen op het gebied van sensortechnologie"**
- 14.50 uur      **Paul van Ekeren (Universiteit Utrecht) "Het einde van het smelttraject van homogene ethylene-1-alkene co-polymeren onderzocht met behulp van DSC "**
- 15.10 uur      Koffie / Thee
- 15.40 uur      **K. Verhaegen (Vivactis), "Microplate Differential Calorimetry"**
- 16.00 uur      TAWN Ledenvergadering
- 16.45 uur      Afsluiting TAD-2004

**Agenda ledenvergadering van TAWN - 2004**

*1 Opening door de voorzitter*

*2 Verslag van vorige ledenvergadering (28-november-2003)*

*3 Jaarverslag van de voorzitter*

*4 Financieel jaaroverzicht 2003 / Benoeming nieuwe leden kascommissie*

*5 Internationale contacten en bijeenkomsten (o.a samen met de GEFTA)*

*6 TA-bulletin en website van TAWN*

*7 Thermische Analyse Prijzen*

*8 Samenstelling bestuur*

**De heren G. VandenMooter en W. de Klerk zijn aftredend en stellen zich beide herkiesbaar.**

*9 Rondvraag*

*10 Sluiting*

**Ledenvergadering van TAWN d.d. 28-november-2003 te Gilze-Rijen**

De ledenvergadering werd bijgewoond door 17 leden en 5 bestuursleden.

*1. Opening door de voorzitter*

De voorzitter opent de ledenvergadering om 16.35 uur, en heet alle aanwezigen welkom.

### 2. *Verslag van vorige ledenvergadering (29-november-2002)*

Het verslag van de ledenvergadering gehouden op 29-november-2002 te Bunnik, werd zonder opmerkingen goedgekeurd en vastgesteld.

### 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-2002 tot op heden.

De volledige tekst van dit verslag wordt opgenomen in het komende TA-Bulletin.

### 4. *Financieel jaaroverzicht 2000 / Benoeming nieuwe leden kascommissie*

Vanuit de aanwezige leden waren geen vragen over het gepubliceerde jaarverslag van de penningmeester. Namens de kascommissie, dhr. Holleman en dhr. Meder werd verklaard dat tijdens de jaarlijkse controle (15-september-2003) van de financiële administratie van de TAWN geen onrechtmatigheden werden geconstateerd. Alles was in orde.

Vervolgens werd onder dankzegging de penningmeester van de TAWN, de heer A.J. Witteveen, voor het jaar 2002 gedechargeerd.

Voor de kascommissie 2004 (boekjaar 2003), stelde zich beschikbaar dhr. T. Van Egmond en dhr. Holleman. Zij werden als zodanig door de ledenvergadering benoemd.

### 5. *Internationale contacten en bijeenkomsten*

De heer G. Hakvoort geeft uitleg over de komende en belangrijke afgelopen activiteiten. Voor 2004 staat het wereldcongress van ICTAC op de kalender en wel in Chia Laguna (Sardinië, Italië). De Vlaamse TA dag heeft in 2003 geen doorgang gevonden, vanwege de geringe belangstelling. Het bestuur hoopt dat er 2004 wel weer een Vlaamse TA dag wordt georganiseerd.

Dhr G. Hakvoort (internationale contacten) geeft een kort overzicht van de komende activiteiten;

september 2004                      13<sup>e</sup> ICTAC meeting op Sardinië (Italië)

oktober 2004                        GEFTA meeting

september 2006                    9<sup>e</sup> ESATC in Krakow (Polen)

Verder zijn er weer de jaarlijkse TMG (engelse zusterorganisatie), GEFTA (duitse zusterorganisatie) thema meetings.

De laatste informatie van een congress wordt opgenomen in het TA-Bulletin en vermeld op de TAWN-website.

Verder is het bestuur van de TAWN in gesprek met de GEFTA voor een 2-daagse meeting in 2005, waarbij dan een programma voor een breder forum opgezet gaat worden.

Dhr. Schuijff merkt op dat het eventueel ook samen met de TMG (Thermal Methods Group, UK) opgezet kan worden. Dhr Mathot ondersteunt het initiatief, en moedigt an om ook de Vlaamse leden hierbij te krijgen, zodat een goed vullend programma en voldoende deelnemers te realiseren is.

### 6. *TA-bulletin en website van TAWN*

Dit agendapunt is ook bij het jaarverslag van de voorzitter al aan de orde geweest. Dit verenigingsjaar zijn er 3 nummers van het bulletin uitgebracht door de nieuwe redacteur, dhr. M. Pijpers.

De respons vanuit de leden en het aandragen van stukjes voor het TAB is zier beprekt, wel is er meer interesse in het plaatsen van advertenties.

Er ontstaat een discussie inzake het elektronisch beschikbaar stellen van het bulletin, dit heeft zowel voor- als ook nadelen. Het bestuur is van mening dat een verse op het bureau



sneer uitnodigt tot het lezen er van. En voor de adverteerders is een digitale versie minder interessant.

### 7. *Thermische Analyse Prijzen*

Zie ook het jaarverslag van de voorzitter. De TA-prijs voor jonge onderzoekers wordt steeds problematischer. In Nederland is het een teruglopende activiteit op de universiteiten, en vanuit de HBO'ers is er weinig tot geen belangstelling. Er is wel (jaarlijks) een sponsorbedrag beschikbaar maar er wordt thans geen invulling aan gegeven. Het is echter wel noodzakelijk om thermische analyse onder de aandacht te blijven brengen.

Een nieuw idee is het invoeren van een 'stimuleringsprijs' voor een onderzoek van een van de leden, die dan de mogelijkheid wordt geboden om het werk op een internationaal congres (ESTAC of ICTAC) te presenteren, aangevuld met een presentatie bij de Thermische Analyse Dag. De toekenning van de prijs zou dan door het bestuur plaatsvinden.

Discussiepunt blijft het vaststellen van de criteria. Welke leeftijdsgroep, frequentie, soort presentatie etc. Er wordt afgesproken dat het bestuur deze plannen verder uit gaat werken.

### 8. *Samenstelling bestuur*

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

### 9. *Rondvraag*

De heer V. Mathot geeft aan dat het in het verleden bij een TA-dag ook mogelijk was om in de 'keuken' van een bedrijf te kijken, en dat aspect is de laatste jaren enigszins verdwenen. Wellicht een mogelijkheid om het onderzoeksgebied meer onder de aandacht te brengen, dit aspect weer in te gaan voeren.

Er komen een tweetal opmerkingen inzake de invulling van de agenda van de TA dag.

Dhr. N. Boer geeft in overweging om de ledenvergadering voor de lunch te houden, zodat het voor meer leden mogelijk is om deze bij te wonen, bij de positie aan het einde van de dag is het voor de leden van veraf een probleem om de vergadering nog bij te wonen (reistijden). Dhr K. Schaap stelt voor een sessie inzake "*Tips and Tricks*" in te voeren, eventueel als eerste na de lunch om de mogelijkheid te bieden naar de leden toe om technische vragen voor te leggen. Beide voorstellen worden door het bestuur bekeken.

Dhr H. Berden vaart naar de invloed van het bestuur op de invulling van het TA dag. De voorzitter geeft hierbij aan dat er wordt gezocht om een zo optimaal mogelijk programma te hebben, wat voor alle leden van waarde is. Het is dus een afwisseling van academische en toepassingsgerichte presentaties. Waarbij het streven is de selectie te maken op de inhoud, en de commerciële presentatie te beperken.

### 10. *Sluiting*

Om ca. 16.50 uur sloot de voorzitter deze TAWN-ledenvergadering met dank aan alle aanwezigen.

## Route beschrijving.



### **Brussel ( E19/A2 ) of Gent ( E17/A14 )      Richting Antwerpen**

Op de ring rond Antwerpen neemt U de richting Hasselt-Aken-Eindhoven (E313/A13). Na een rit van ongeveer 14 km splitst de autosnelweg.

U houdt de richting Turnhout - Eindhoven aan (E34/A21). U neemt afrit 24 Turnhout - Kasterlee. Op het viaduct draait U naar links.

Aan de tweede verkeerslichten slaat U rechtsaf. U bevindt zich op de ring rond Turnhout.

Na de 3<sup>de</sup> verkeerslichten draait U linksaf de Steenweg op Oosthoven in.

U neemt de derde straat links. (Vredestraat) 100 meter verder draait u rechts onze parking op ter hoogte van huisnummer 58.

### **Hasselt ( A13/E313 )Richting Antwerpen**

In Hasselt neemt U de autosnelweg naar Antwerpen (A13/E313). Ter hoogte van Geel, neemt U afrit 23. U rijdt richting Geel (N19). U neemt de ring rond Geel (R14) en U volgt richting Turnhout. U rijdt door het centrum van Kasterlee en U houdt richting Turnhout aan. Op een bepaald ogenblik rijdt U over de autosnelweg Antwerpen-Eindhoven (E34).

Aan de tweede verkeerslichten slaat U rechtsaf. U bevindt zich op de ring rond Turnhout.

Na de 3<sup>de</sup> verkeerslichten draait U linksaf de Steenweg op Oosthoven in.

U neemt de derde straat links. (Vredestraat) 100 meter verder draait u rechts onze parking op ter hoogte van huisnummer 58.

### Parking

### Paterspand

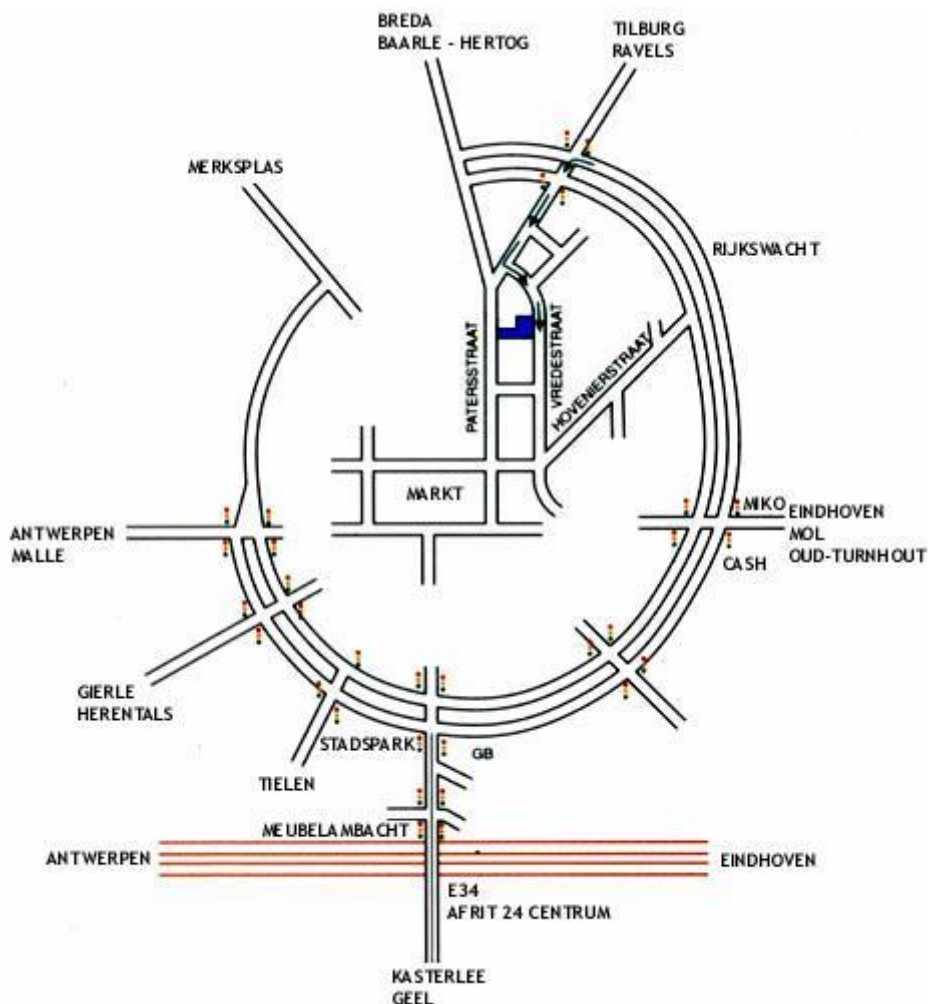
**P1** Privé-parking Paterspand – Vredestraat, 58. Te bereiken via Steenweg op Oosthoven zie omschrijving bovenaan.

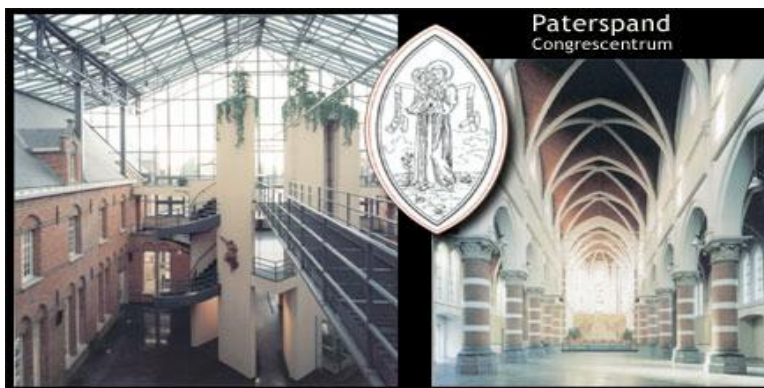
**P2** Parking Elfnovemberlaan. Te bereiken via Steenweg op Oosthoven zie omschrijving bovenaan.

**P3** **Parking Boomgaardplein, enkel voor bussen en op aanvraag.**

### Paterskerk

Volg de omschrijving tot puntje 1. Aan de 2<sup>de</sup> verkeerslichten steekt u de ring over en u rijdt rechtdoor de Graatakker op, vervolgens Herentalsstraat die u blijft volgen tot aan de grote markt die u links aanhoudt. U neemt de 3<sup>de</sup> straat rechts die uitkomt op de grote markt. U bevindt zich in de Patersstraat. Verder door tot huisnummer 100=Paterskerk





[www.paterspand.com](http://www.paterspand.com)

---

**Aanmeldingsformulier TAD 2004**

**ONDERGETEKENDE:**

**Naam:** \_\_\_\_\_

**BEDRIJF:** \_\_\_\_\_

**AFDELING:** \_\_\_\_\_

**ADRES:** \_\_\_\_\_

**POSTCODE+PLAATS:** \_\_\_\_\_

☐ LID TAWN ☐ GEEN LID TAWN

**NEEMT DEEL AAN DE TAD 2004 TE TURNHOUT (B)**

**Plaats en handtekening.....**

**Zend bovenstaand formulier per post, fax of e-mail zo snel mogelijk naar de voorzitter van de TAWN:**

**Dr. P.J. van Ekeren, UvU**  
**Chemische Thermodynamica Groep**  
**Padualaan 8**  
**3584 CH Utrecht**  
**Tel.: 030 2533509**  
**Fax: 030 2533997**  
**E-mail: [ekeren@chem.uu.nl](mailto:ekeren@chem.uu.nl)**

## **Enquête Formulier Cursussen TAWN**

Naam: \_\_\_\_\_ Hr./Mw. Titel(s): \_\_\_\_\_ Voorletters: \_\_\_\_\_

Bedrijf/Instelling: \_\_\_\_\_

Afdeling: \_\_\_\_\_

Adres: \_\_\_\_\_

Postcode en Plaats: \_\_\_\_\_

Telefoon: \_\_\_\_\_ Fax: \_\_\_\_\_ E-mail: \_\_\_\_\_

Heeft belangstelling voor de volgende cursus(sen) te organiseren door de TAWN::

- ☐ TGA
- ☐ TMA
- ☐ DMA
- ☐ DSC
- ☐ andere: \_\_\_\_\_
- ☐ ev. aanvulling op uw keuze \_\_\_\_\_

&-----

Deze strook sturen naar de secretaris van de TAWN of via e-mail uw keuze bekendmaken.

**Ing. W.P. C. de Klerk**

**TNO-PML**

**Pyrotechniek en Energetische materialen**

**Postbus 45, 2280 AA Rijswijk.**

**Telefoon: 015-2843580 E-mail: [klerk@pml.tno.nl](mailto:klerk@pml.tno.nl)**





## NETZSCH Applications Laboratory, Selb

*Juergen Blumm, Alexander Schindler, Ekkehard Füglein*

### DSC or STA (Simultaneous TG-DSC) ?

#### An open question in the field of Thermal Analysis

Differential Scanning Calorimetry (DSC) is the most widely used thermoanalytical technique around the world. This technique allows the analysis of phase transitions such as changes in the crystal structure, melting or glass transitions. Characteristic temperatures or corresponding enthalpies can easily be measured using this method. However, simultaneous thermal analysers (STA), which combine two or more thermoanalytical methods into one instrument, are nowadays becoming increasingly important. In most cases, a modern STA system combines a differential scanning calorimeter (DSC) with a thermobalance (TG), allowing determination of phase transition temperatures, corresponding enthalpies and mass changes on one sample at the same time. Two well-established commercial instruments (NETZSCH DSC 204 F1 *Phoenix* and NETZSCH STA 449 C *Jupiter*) are presented in the following figures:



Figure 1. NETZSCH DSC 204 F1 *Phoenix*®



Figure 2. NETZSCH STA 449 C *Jupiter*®

One frequently asked question in this regard concerns the performance and uncertainty level of an STA system compared to a stand-alone DSC. The typical advantages of the two methods are summarized in the following table:

#### Advantages of a stand-alone DSC:

- Very easy handling
- Fast heating/cooling is possible
- Short response time
- Automatic sample changer available
- Generally lower price

#### Advantages of an STA:

- TG and DSC results in one run
- Only one sample required
- Generally broader temperature range
- Vacuum-tight
- Flexible (sensors, furnaces)

It seems that the STA has some significant advantages for many different applications in the field of research and development. Nevertheless, the user frequently asks whether a simultaneous system can offer comparable DSC performance compared to a standard DSC. Two of the open questions connected with the DSC performance of an STA system will be analysed in this work:

### 1. Can a high-temperature TG DSC-system offer acceptable results in the range around room temperature?

Polymers such as PET (polyethylene terephthalate) are materials typically used to check the DSC capability of an STA system in the temperature range slightly above room temperature. PET shows a glass transition, cold crystallization and melting between 50 and 300°C. It therefore represents a good control for checking the performance of an STA designed for measurements in the high-temperature range.

Presented in figure 3 are the results for a PET sample measured with an STA system equipped with an SiC furnace and a type S (Pt/Pt10%Rh) DSC-sensor capable of operation between room temperature and 1550°C. Platinum crucibles with lids were employed for the test. The measurement was carried out in a dynamic argon atmosphere (gas flow rate: 50 ml/min). The sample had a mass of 15.07 mg and was heated from 30 to 320°C at 10 K/min. At 76.8°C, the midpoint of the glass transition was measured in the DSC curve. Cold crystallization (120.6°C, extrapolated onset) was connected with an enthalpy of -27.29 J/g. At 254.7°C (peak temperature), melting of the sample was measured. The heat of fusion was 42.25 J/g. The degree of crystallinity was evaluated according to  $C[\%] = (42.25 \text{ J/g} - 27.3 \text{ J/g}) \cdot 100\% / 140 \text{ J/g} = 10.7\%$  (140 J/g corresponds to a pure, 100% crystalline PET sample). Over the entire temperature range, a mass loss of 0.52% was found, corresponding to the evaporation of processing additives.

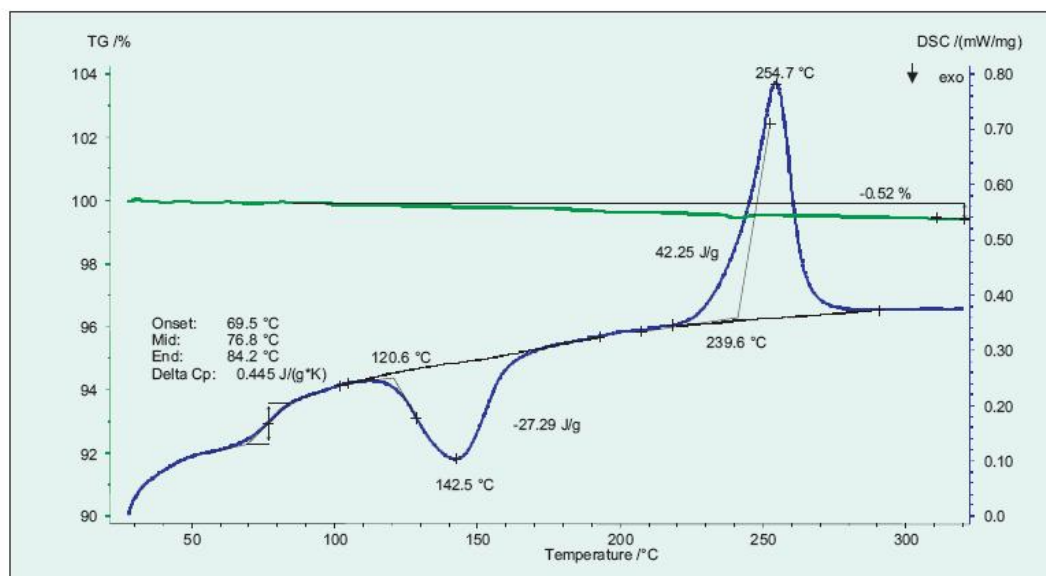


Figure 3. Mass loss and transformation energetics of PET

2



This example clearly demonstrates that a state-of-the-art high-temperature STA system allows glass transition measurements even in the temperature range around 50°C. Of course, by equipping the unit with a liquid-nitrogen cooled furnace, the lowest temperature can be moved down to -120°C.

### **2. Are measurement results gathered from an STA and a DSC system comparable?**

A lot of different examples are available representing the accuracy of an STA system regarding its DSC performance. Most of the examples refer to standard materials such as melting of a pure metal. However, when measuring a real sample, one has to consider points such as inhomogeneity of the sample material. Furthermore, in some cases the thermal effects are not as high as, for example, during melting. A typical example for a more critical sample, compared to a pure metal, is a tar material. Generally, such materials are more or less inhomogeneous and show several different overlapping effects such as glass transitions or melting of crystalline contents.

Such a tar material was measured using the DSC 204 Phoenix and STA 449 C Jupiter. The STA system was equipped with a low-temperature furnace allowing measurements between -120 and 700°C. The sample masses were 15±1 mg in both tests. Both measurements were carried out under an inert atmosphere at a heating rate of 10 K/min. The measurements were performed between -75 and 250°C in both cases.

Shown in figure 4 are the results measured with the stand-alone DSC (DSC 204 Phoenix). At 56.3°C a glass transition was detected. At 66.6°C (peak temperature) a relaxation effect was measured. Between 90 and 180°C, two small endothermal effects were detected which are most probably due to melting of crystalline contents in the material.

Figure 5 shows the mass change and transformation energetics of the tar sample measured with the STA 449 C Jupiter. The glass transition was measured in the same range as it was found in the stand-alone DSC. The differences in the glass transition temperature and peak temperature of the relaxation effect are less than 0.5 K. Differences were measured only in the range between 90 and 200°C. In the STA test, a higher enthalpy and a different behavior of the curve was found for the overlapping endothermal effects. This can be explained by a slightly higher crystalline content of the STA sample. The additional TG signal offers further insight into the thermal behavior of the sample. It can clearly be seen that above 150°C, evaporation of volatiles starts. This evaporation process is not visible in the DSC curves but can easily be analyzed on the basis of the TG result.

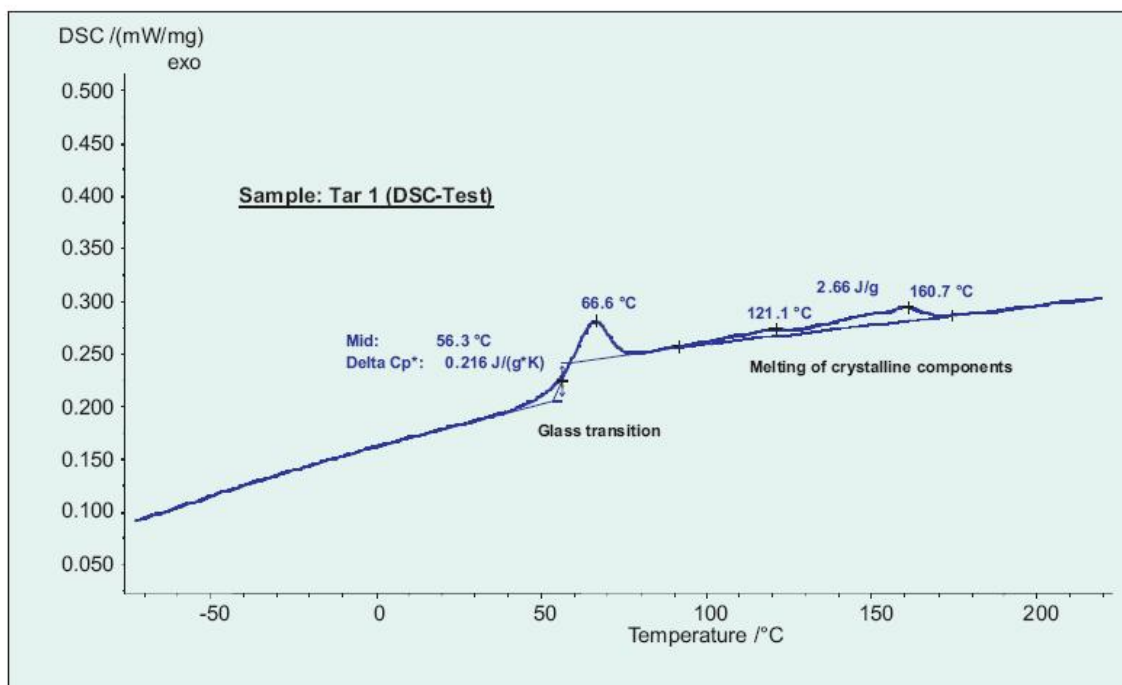


Figure 4. DSC result for a tar sample measured with the DSC 204 Phoenix

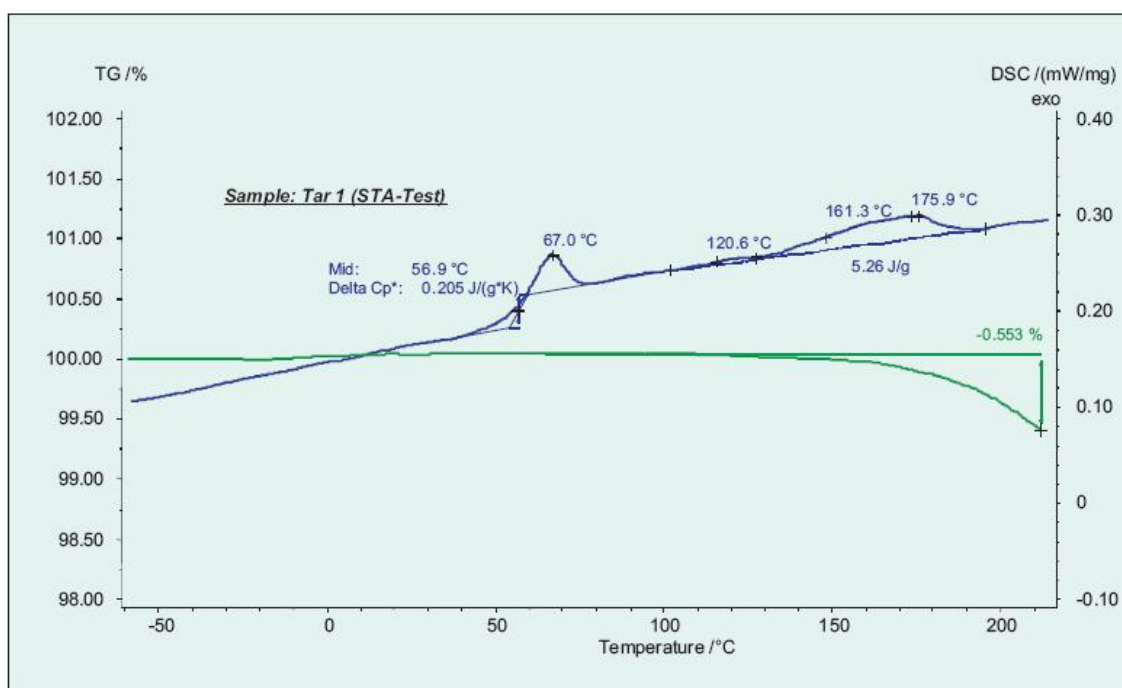


Figure 5. DSC and TG results for a tar sample measured with the STA 449 C Jupiter

A comparison of the DSC and STA results is presented in figure 6 (transformation energetics). The good comparability of the glass transition and the slight differences in the melting behavior of the two samples from the same original material can clearly be seen in this presentation. The increase in the baseline is visible in both measurement results in the same way and can be explained by the increase in the specific heat of the material versus temperature.

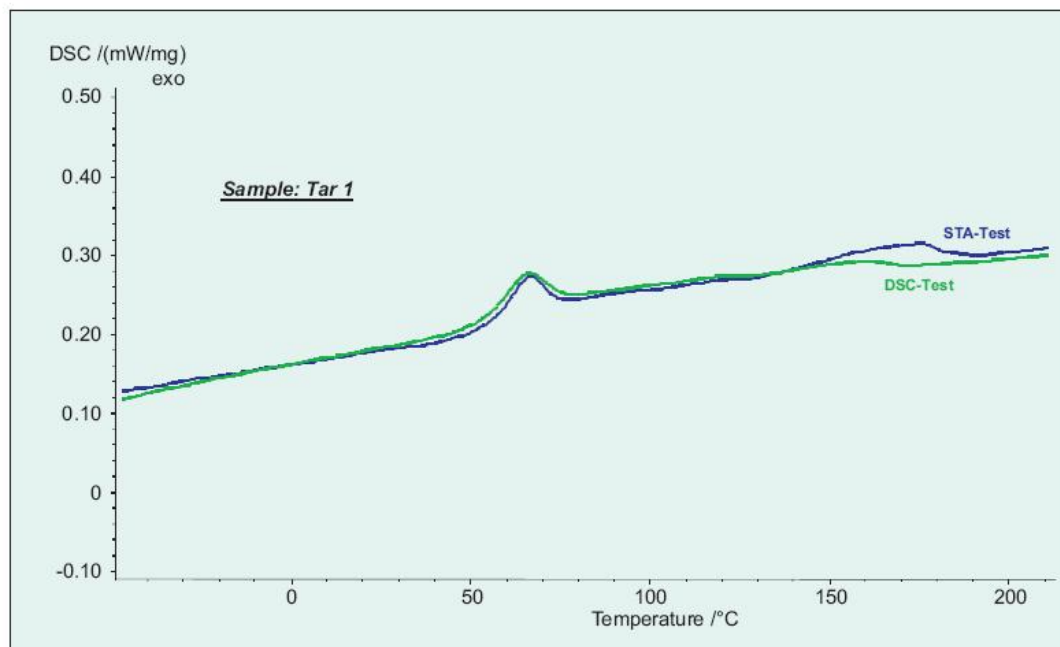


Figure 6 . DSC results for a tar sample measured with the DSC 204 C Phoenix and STA 449 C Jupiter

**Overgenomen informatie van het National Institute for Standards and Technology (NIST).**

**Enthalpy Standards**

| Material                   | Melting Temperature | Enthalpy of Fusion | NIST availability |
|----------------------------|---------------------|--------------------|-------------------|
| Tin (99.9995%)             | 505.10 K            | 60.22 J/g          | SRM 2220          |
| Zinc (99.999%)             | 692.59 K            | 111.18 J/g         | SRM 2221b         |
| Biphenyl (99.984%)         | 342.41 K            | 120.41 J/g         | SRM 2222          |
| Mercury                    | 234.30 K            | 11.469 J/g         | SRM 2225          |
| ThermalAnalysis Purity Set |                     |                    | SRM 1514          |

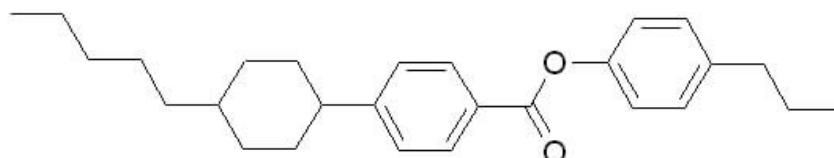
**Materialen voor Temperatuurcalibratie bij lage temperaturen.**

| Material           | Temperature  | Heat         | Event         | NIST | Ref.  |
|--------------------|--------------|--------------|---------------|------|-------|
| Cyclopentane       | -151.16°C    | 68.69 (J/g)  | phase trans.  |      | 7     |
| n-Pentane          | -132.66°C    | 36.51 (J/g)  |               |      | 9     |
| n-Heptane          | -90.56°C     | 138.62 (J/g) |               |      | 10    |
| Cyclohexane        | -87.06°C     | 78.70 (J/g)  |               |      | 8     |
|                    | -83°C (peak) |              |               |      | 1     |
| n-Octane           | -56.76°C     | 180.00 (J/g) | melting point |      | 10    |
| Mercury            | -38.8344°C   | 11.469 (J/g) | melting point |      | 4, 18 |
| 1,2-Dichloroethane | -32°C (peak) |              |               |      | 1     |
| n-Decane           | -26.66°C     | 199.87 (J/g) | melting point |      | 10    |
| n-Dodecane         | -9.65°C      | 214.35 (J/g) | melting point |      | 10    |
| Water              | 0.01°C       | 335 (J/g)    |               |      | 4, 11 |
| Benzene            | 5.53°C       | 125.9 (J/g)  |               |      |       |

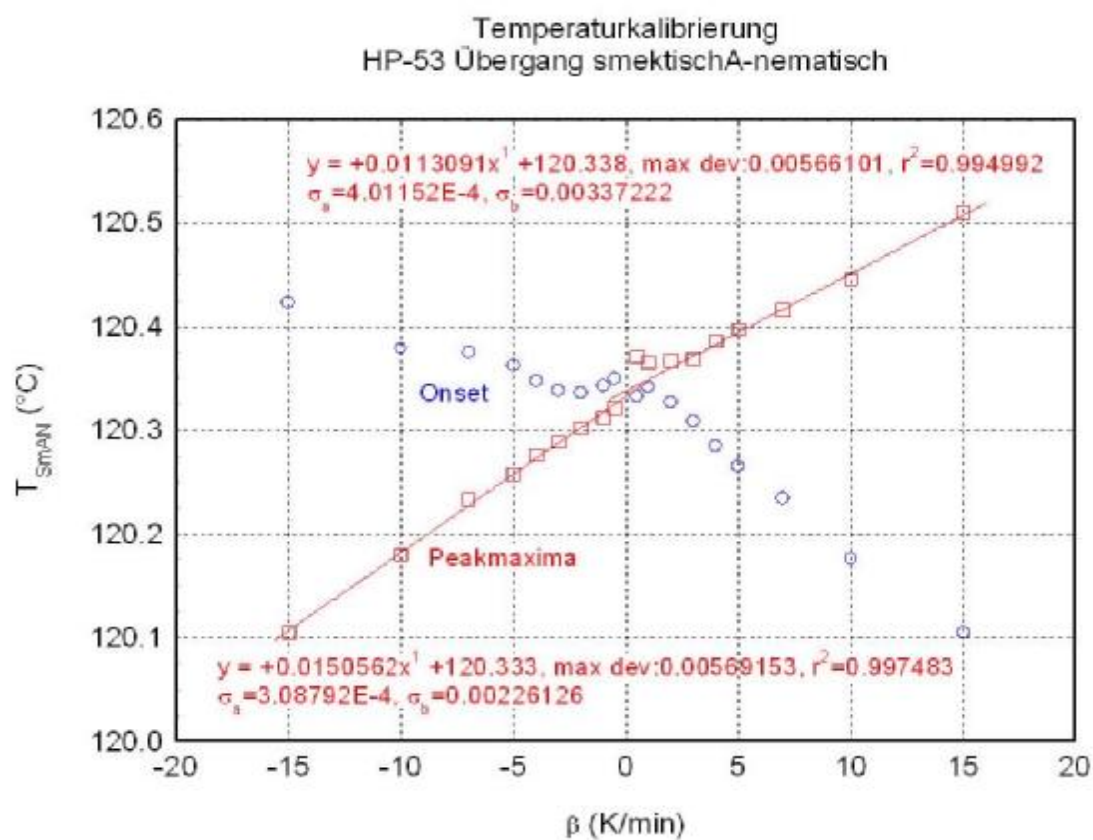
## Vloeibare kristallen geschikt voor calibratie van DSC.

Sinds 2004 zijn de door de Gefta voor calibratie goedgekeurde vloeibare kristallen commercieel verkrijgbaar. Dit zijn gecertificeerde materialen die gebaseerd zijn op PTB en NIST standaarden.

HP-53

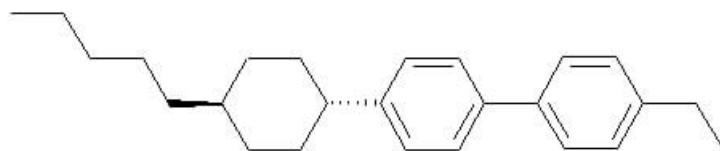


Bestelnummer VWR 100 007.9005

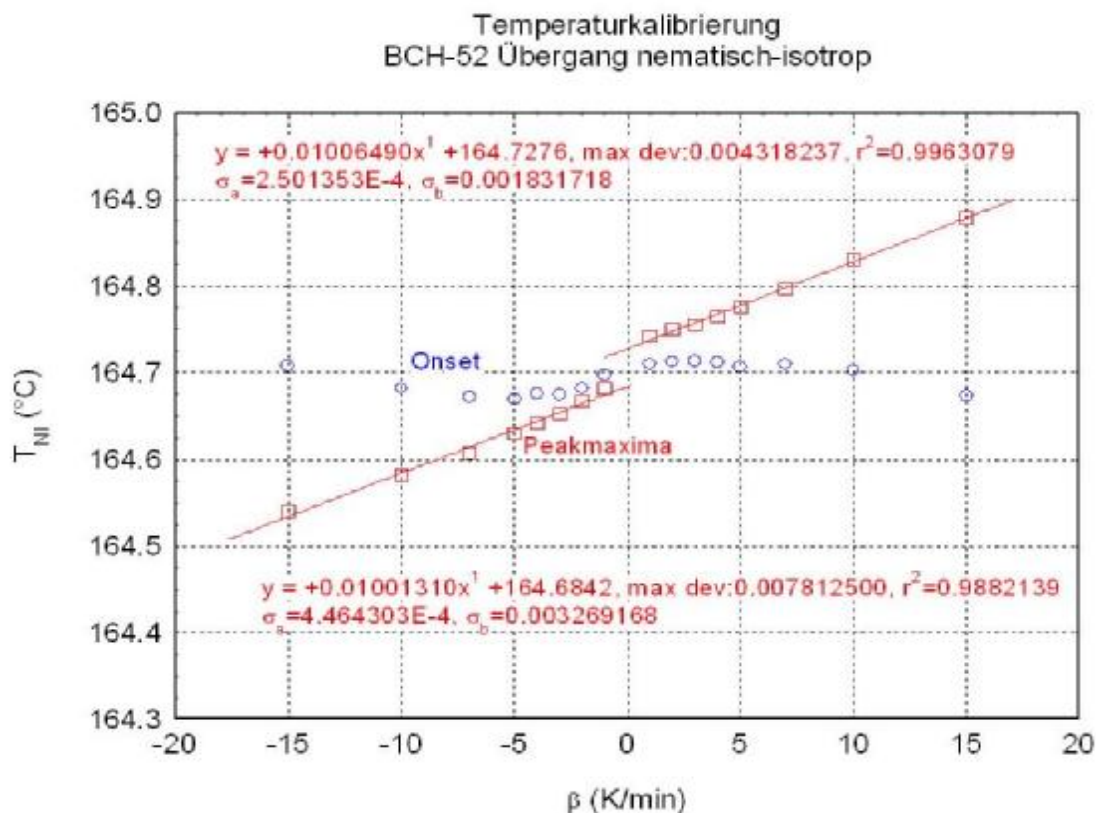


opwarmen resp. afkoelen

BCH-52



Bestelnummer VWR 100 006.9005



opwarmen resp. afkoelen

De prijs per 500 mg bedraagt Euro 54,50, inclusief certificaat op de standards betrekking hebbende. De vertegenwoordiger in Duitsland is de firma VWR. De fabricage, verpakking en certificering is in handen van Merck KgaA.



## Series Editor:

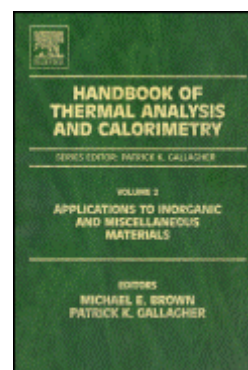
P.K. Gallagher, Department of Chemistry, The Ohio State University, 120 West 18th Avenue, Columbus, OH 43210-1173, USA

## Description

This series, edited by world-renowned thermal analyst Prof. Patrick K. Gallagher, constitutes an enormously valuable resource to anyone involved with the characterization of thermal properties of materials. The reader will surely enjoy this up-to-date presentation of theory, fundamentals and diverse applications.

## Volumes in series

- 4 **[Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry, 4](#)**  
**From Macromolecules to Man**  
Buy online with a credit card in the Elsevier Science & Technology  
Bookstore: ☞ <http://books.elsevier.com/elsevier/?isbn=0444820884>  
Edited By Richard Kemp  
ISBN: 0-444-82088-4, Year: 1999
- 3 **[Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry, 3](#)**  
**Applications to Polymers and Plastics**  
Buy online with a credit card in the Elsevier Science & Technology  
Bookstore: ☞ <http://books.elsevier.com/elsevier/?isbn=0444512861>  
Edited By Stephen Cheng  
ISBN: 0-444-51286-1, Year: 2002
- 2 **[Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry, 2](#)**  
**Applications to inorganic and miscellaneous materials**  
Buy online with a credit card in the Elsevier Science & Technology  
Bookstore: ☞ <http://books.elsevier.com/elsevier/?isbn=0444820868>  
Edited By Michael Brown, Patrick Gallagher  
ISBN: 0-444-82086-8, Year: 2003
- 1 **[Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry, 1](#)**  
**Principles and Practice**  
Buy online with a credit card in the Elsevier Science & Technology  
Bookstore: ☞ <http://books.elsevier.com/elsevier/?isbn=044482085X>  
Edited By Michael Brown  
Hardbound, ISBN: 0-444-82085-X, 941 pages, publication date: 1998  
Price: EUR 435, USD 435



Drs. Michiel S. Thijssen MSc  
Publishing Editor, Physical & Theoretical Chemistry  
Chemistry & Chemical Engineering  
Elsevier BV  
Email: [m.thijssen@elsevier.com](mailto:m.thijssen@elsevier.com)

[illegible]

***Thermische Analyse Bulletin***

***Jaargang 26***

***Nummer 82 oktober 2004***