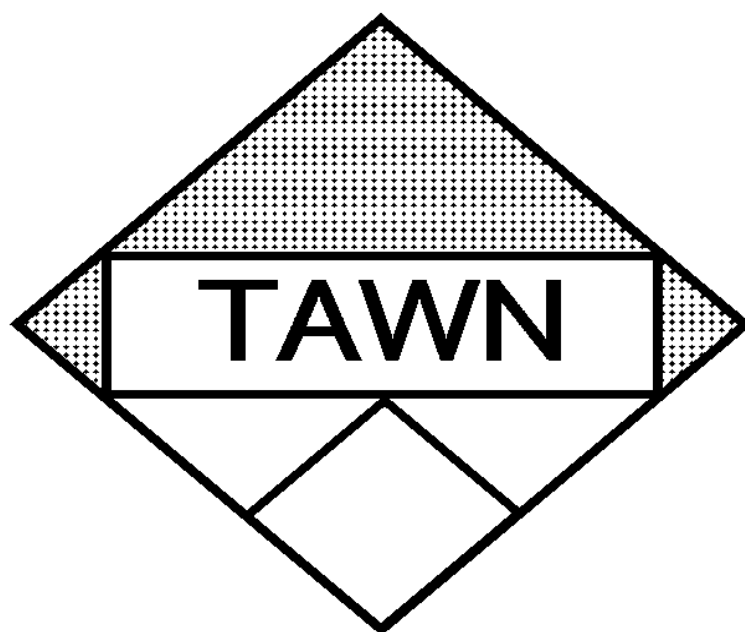


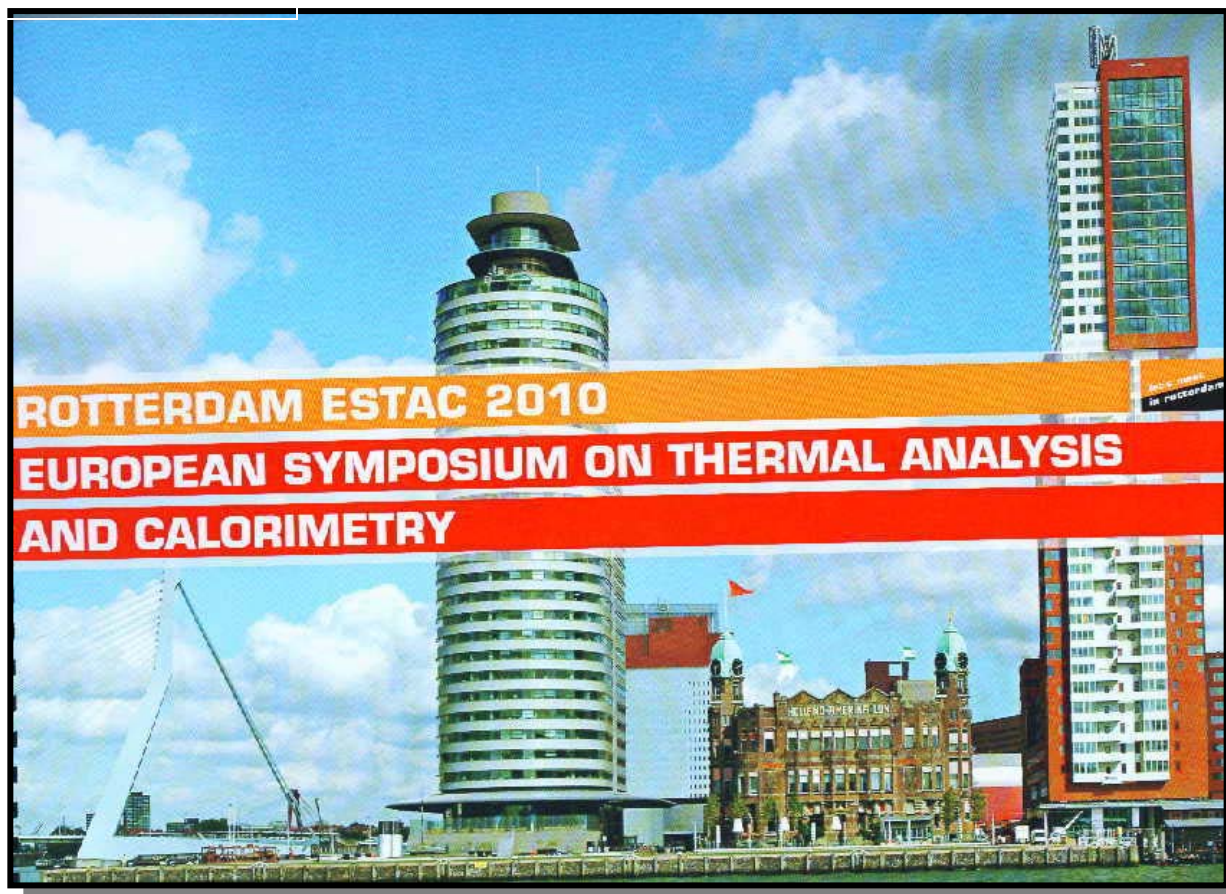
Thermische Analyse Bulletin

Het officiële orgaan van de Thermische Analyse Werkgroep Nederland juli 2008



Conferentie data,
ESTAC 2010 , TAD 2008, Data Seminars,
Enquêtes, etc .

Conferentie locatie de Doelen.



COLOFON

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

In het bulletin worden opgenomen:

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

Redactie:

Hr. M.F.J. Pijpers

Dir. v.d. Muhlenlaan 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

De bijdrage van firma's in dit Bulletin vallen buiten de verantwoordelijkheid van de redactie. Ondanks het feit dat de exacte datum van de TAD 2008 in november nog niet vast staat hopen we dat de leden al hun bijdragen aan deze dag zullen kenbaar maken bij het bestuur. Het volgende Bulletin (oktober) zal dan de definitieve programma van deze dag bevatten, met locatie en datum.

Het bestuur is verder volop bezig met de voorbereidingen van de ESTAC 2010 te Rotterdam. Op de TAD 2008 hopen we meer hierover te kunnen vertellen.

Een triest bericht dat ons ontving is het overlijden van een prominent lid van onze vereniging, nl Kees van Miltenburg.

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. Bijdragen van onze correspondenten. (Archi Leenaears, Anatech))**
- 3. Congressen**
- 4. TAD 2008**
- 5. Bijdrage firma Ankersmid**
- 6. Advertentie Ankersmid/Setaram**
- 7. In memoriam Kees van Miltenburg**
- 8. Bijdrage TA Instruments.**
- 9. Cursussen en oproep voor bijdragen TAD 2008**



- 10. Websites**



THERMISCHE ANALYSE WERKGROEP NEDERLAND

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

Doel van de TAWN

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

Activiteiten

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

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

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

LIDMAATSCHAP

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

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

Sponsoring

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

Aanmelding als lid van de TAWN

Ondergetekende geeft zich op als lid van de TAWN.

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

Bedrijf/Instelling: _____

Afdeling: _____

Adres: _____

Postcode en Plaats: _____

Telefoon: _____ Fax: _____ E-mail: _____

Handtekening: _____

Deze strook sturen naar de secretaris van de TAWN:

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



PittCon 2008

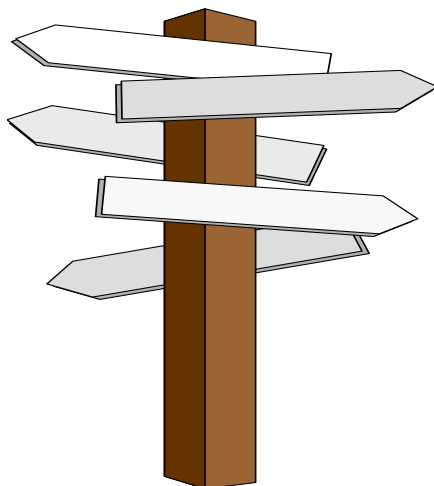
PittCon, met bijna 2500 exposanten Amerika's grootste beurs voor analytische instrumenten, werd dit jaar georganiseerd in het mooie en swingende New Orleans in het diepe zuiden van de Verenigde Staten. Deze beurs is bijna toe aan haar 60^e editie en het was goed om te constateren dat de neerwaartse trend ten aanzien van aantallen stands en bezoekers dit jaar gebroken lijkt te zijn. Ondanks het feit dat thermische analyse slechts een kleine groep vormt in het totaal aan meetmethoden was het toch weer de moeite waard om hier te zijn.

TA Instruments (USA) had hem weliswaar niet op de stand, maar hun nieuwe hoge snelheids DSC (gecontroleerd opwarmen en afkoelen met 750 °C/min) wordt nu naar eigen zeggen intensief getest bij een aantal klanten, en zodra die tevreden zijn komt hij snel op de markt. Het moge duidelijk zijn dat dat hun antwoord is op de succesvolle HyperDSC™ van hun belangrijkste concurrent *PerkinElmer (USA)*. Deze laatste presenteerde op PittCon dit jaar de nieuwe STA 6000, een gecombineerde TGA en DTA met gepatenteerde SaTurnA™-sensor als opvolger van de Diamond TG/DTA, alsmede hun vorig jaar aan het productenpakket toegevoegde DMA. Ook *Mettler-Toledo (CH)* lieten hier hun recent geheel vernieuwde 1-serie zien, bestaande uit de DSC1 en de TGA/DSC1. *Netzsch Gerätebau (D)* liet met name een aantal bekende gecombineerde technieken als TGA-MS zien. Het Duitse *Linseis* gaat zich naar eigen zeggen steeds meer specialiseren in dilatometers, metingen voor warmtegeleiding e.d. Tenslotte nog *Shimadzu* de enige Japanse producent van instrumenten voor thermische analyse die op deze beurs stond. Niets nieuws, maar ze waren er toch.

Na het vakinhoudelijke, natuurlijk ook nog even de moeite genomen om New Orleans zelf te verkennen. Een authentieke stad, een smeltkroes van de volken die er de afgelopen 250 jaar historie schreven. Je proeft hier de koloniale sfeer uit de Franse tijd en ziet die terug in bijvoorbeeld de Franse namen in Le Vieux Carré, de French Quarter. Het ruikt er naar Creoolse 'Gumbo Seafood Soup' en naar hete 'Jambalaya', populair sinds de zwarte slaven hier naartoe gebracht werden om te werken op de plantages. En dan natuurlijk de muziek: de swingende en meeslepende jazz-tonen uit het begin van de vorige eeuw, klinkend uit de saxofoon van een eenzame Afro-Amerikaan aan de oevers van de Mississippi, worden afgewisseld met 'oldies and goldies' uit keihard dendurende geluidsboxen in Bourbon Street, het uitgaansleven van de moderne Amerikaan.

Archi Leenaers, correspondent instrumenten

CONGRESSEN, SYMPOSIA, CURSUSSEN



Event **14 International Congress on Thermal Analysis and Calorimetry**

Date **14 - 18 September, 2008**

Venue **São Pedro, Brazil**

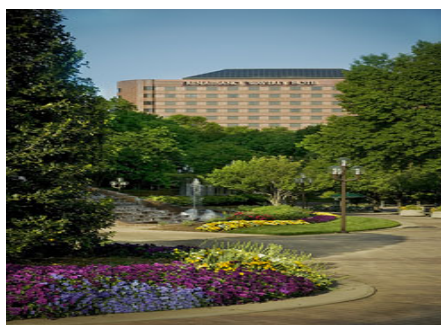
Contact **Secretary**
Luci D. B. Machado
secretary@ictac14.com.br

Chairman
Valter J. Fernandes Jr.
chairman@ictac14.com.br

36th Annual Conference

Short Courses: August 16-17, 2008

Technical Conference: August 18-20, 2008



The North American Thermal Analysis Society will hold the 36th Annual Conference at the beautiful Renaissance Waverly Hotel in the northwest portion of Atlanta, GA in 2008. This is a perfect forum for thermal analysts, scientists, and engineers to meet and share their research and expertise. NATAS offers you the opportunity to learn about new techniques, increase your knowledge of thermal analysis and material performance, and see the newest instruments and accessories.

18th European Conference on Thermophysical Properties - ECTP2008

Pau, F, 31.08. - 04.09.2008

<http://ectp.univ-pau.fr>

ectp@univ-pau.fr

18. Ulm-Freiburger Kalorimetrietage

Freiberg, D, 18.03. - 20.03.2009

<http://www.chemie.tu-freiberg.de/phy/ufk/>

#####

De **TAD 2008** zal gesponsord worden door de firma Ankersmid., o.a. bekend door de vertegenwoordiging van SETARAM. Lokatie en tijdstip zijn bij het ter perse gaan van dit Bulletin nog niet bekend, maar is waarschijnlijk weer in november 2008.

#####

Ankersmid toont nieuwe Setaram Lijn op HET 2008

Oosterhout, NB – Mei 2008 –Ankersmid en SETARAM kijken met trots terug op Het Instrument 2008. Tijdens deze editie van HET heeft Ankersmid de compleet nieuwe SETARAM-lijn van thermische analyse systemen geïntroduceerd

Deze nieuwe EVO-lijn is een geslaagde combinatie van veelomvattende engineering door alle afdelingen binnen Setaram. Het opvallend verfrissende ontwerp is ontwikkeld in een partnerschap met één van Europa's vooraanstaande Industrieel Ontwerp bureaus en maakt de toepassing van verschillende sensoren mogelijk: DSC, TGA, DTA, STA en MicroDSC.

De nieuwe CALISTO software is vanaf nul opnieuw geschreven, en omvat meer dan 100 features die door een breed panel van Setaram gebruikers zijn aangedragen. Waaronder “fit to Word or PowerPoint” -functie welke de gebruiker de mogelijkheid biedt de curven direct naar een Word of PowerPoint document te exporteren. Dit maakt een mooie presentatie of professioneel rapport gemakkelijk te produceren, help functie middels een video instructie, intelligente basislijn constructie en Peak uitsplitsing door een vergevorderde algoritme module. Deze en andere unieke eigenschappen betekenen dat de CALISTO software de meest krachtige, flexibele en intuïtieve data verwerkingsoplossing is binnen de thermische analyse.

Deze instrumentenlijn omvat een breed scala aan technische innovaties, waaronder een symmetrische TGA welke een gevoeligheid en stabiliteit levert zoals nog nooit eerder vertoont bij systemen tot 1600 °C.

De nieuwe EVO-lijn omvat::

- [DSC131 evo](#), Differential Scanning Calorimetry van -170 tot 700°C
- [SENSYS evo DSC](#), Differential Scanning Calorimetry van -120 tot 830°C, tot en met 500 bars bij 600°C
- [SENSYS evo TG-DSC](#), Simultane TGA en 3D DSC van -120 tot 830°C
- [LABSYS evo](#), TGA, DTA, DSC, simultane TGA-DTA, TGA-DSC, 3D high-precision Cp sensor®
- [μDSC3 evo](#), Microcalorimetry van -20°C to 120°C.
- [μDSC7 evo](#), Microcalorimetry van -45 to 120°C

De nieuwe LABSYS evo lijn, een nieuw hoge temperatuur TGA, STA en TG-DSC systeem die 1600°C loopt, heeft een compleet nieuwe oven, balans, elektronica en software om de materiaal onderzoeker een compleet nieuwe standaard in Thermische Analyse te bieden.

De nieuwe balanseigenschappen betekenen dat niet alleen de gevoeligheid maar ook de stabiliteit van de metingen van temperaturen door de tijd heen een significante verbetering hebben ondergaan. De nieuwe oven maakt het voor het eerst mogelijk dat de TGA tot 1600 °C met een verhittingssnelheid van tot 100 °C/min kan verhitten. Daarnaast is er een nieuwe 3-dimensionale high-precision Cp rod® ontwikkeld welke de nauwkeurigheid van Cp tot beneden de 2% brengt.

Poeders en heterogene monsters kunnen met vertrouwen worden gemeten. Optioneel kan er gekozen worden voor een simultane DSC en DTA terwijl alle instrumenten beschikken over een simultane ingang voor FTIR en MS Sampling

Voor meer informatie over deze producten van Setaram:

- Bel Ankersmid: 0162-408910.
- Of mail naar Toine van Alphen van Ankersmid: alphen@ankersmid.com

New EVO Line

DSC131 evo

Differential Scanning Calorimetry
From -170 to 700°C



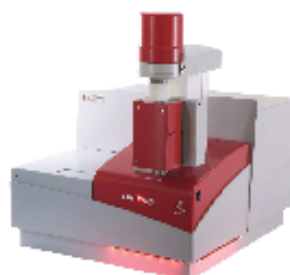
SENSYS evo DSC

Differential Scanning Calorimetry
From -120 to 830°C, up to 500 bars at 600°C



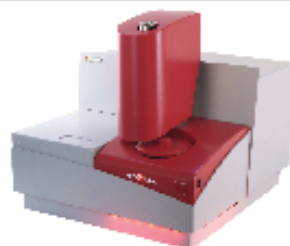
SENSYS evo TG-DSC

Simultaneous TGA and 3D DSC
From -120 to 830°C



LABSYS evo

TGA, DTA, DSC, simultaneous TGA-DTA,
TGA-DSC, 3D high-precision Cp sensor
From ambient to 1600°C



μDSC3 evo

Microcalorimetry
From -20°C to 120°C



Offices in United Kingdom, Germany, Italy,
Switzerland, China and Singapore

www.setaram.com
sales@setaram.com



Ankersmid
Ankersmid B.V.
De Wetering 25-27
4906 CT Costerhout

Tel: (+31)-162-408 910
Fax: (+31)-162-454 163

Ankersmid N.V.
Neerlandweg 22A
2610 Wilrijk

Te: (+32)-(0)3-820 80 00
Fax: (+32)-(0)3-230 96 58

WWW.ANKERSMID.COM

Advertentie firma Ankersmit

In Memoriam: Kees van Miltenburg (22 september 1939 – 9 mei 2008)



Op 15 mei hebben wij helaas afscheid moeten nemen van Kees van Miltenburg. Kees was een vooraanstaand lid van de TAWN en heeft op onze bijeenkomsten regelmatig presentaties verzorgd. Zonder te overdrijven kunnen we stellen dat Kees dé calorimetrist van Nederland (en ver daarbuiten) was.

Zijn werkzame leven heeft Kees in zijn geheel doorgebracht aan de Universiteit Utrecht op het gebied van de (toegepaste) thermodynamica. Hij studeerde af in 1967 (hoofdvak fysische chemie, bijvak theoretische natuurkunde). Vanaf 1967 was hij aangesteld als wetenschappelijk (hoofd-)medewerker en in 1971 promoveerde hij op het proefschrift "Construction of an Adiabatic Calorimeter and Measurement of the System Carbon Tetrachloride - Cyclohexanone".

De ontwikkeling van de adiabatiscie calorimeter heeft ook in zijn verdere loopbaan een belangrijke rol gespeeld. De verschillende ontwerpen evolueerden uiteindelijk tot een volledig automatische adiabatiscie calorimeter voor zeer nauwkeurige warmtecapaciteitsmetingen (binnen 0.02%) in het temperatuurbereik van -271 °C tot 160 °C. Hiermee is dit een van de meest geavanceerde adiabatiscie calorimeters ter wereld!

Maar ook andere calorimeters hadden zijn belangstelling: zo zijn er micro-calorimeters, reactie-calorimeters, isoperibool calorimeters en heat-flow calorimeters ontworpen en geconstrueerd. Aan alles waaraan (warmte) kon worden gemeten is ook gemeten: van supergeleiders tot watervlooiën!

Vele studenten en promovendi zijn mede door Kees gevormd. Zelf heb ik vanaf 1981 met Kees samengewerkt: Kees was een zeer aimabele man met een enorme dosis vakkennis. Ik heb enorm veel van hem geleerd.

Hij is na een niet te winnen strijd van ca. 4 maanden veel te vroeg heengegaan. We zullen hem zeker missen!

Paul van Ekeren.



Adamantane – A New Certified and Traceable Reference Material for Subambient DSC Temperature and Enthalpy Calibration on Heating and Cooling

Roger L. Blaine

TA Instruments, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720 USA
rblaine@tainstruments.com

ABSTRACT

An interlaboratory test is described to characterize adamantane as a new subambient temperature and enthalpy reference material. Certified and traceable values are obtained for transition temperature (-65.54 ± 0.20 °C) and transition enthalpy (20.57 ± 0.90 J/g) using NIST SRM 2225 Mercury as an internal standard. The low temperature adamantane polymorphic transition is then used to characterize the temperature reporting performance of the TA Instruments Tzero Differential Scanning Calorimeter.

INTRODUCTION

Thermal analysts wishing to perform subambient DSC operations often request a low temperature certified reference material traceable to a National Metrology Institute (NMI). The only certified and traceable reference material currently available for this use is SRM 2225 Mercury, available from the United States National Institute of Standards and Technology (NIST). Because of the health hazards of mercury compounds and the difficulty in its safe disposal, many laboratories are reluctant to use mercury metal for calibration purposes.

Adamantane, a saturated three ring hydrocarbon with the unique structure shown in Figure 1, has been suggested as a subambient reference material (1, 2, 3, 4). It is a solid at room temperature with a low temperature solid-solid (polymeric) transition from face-centered cube to body centered tetragonal lattice near -65 °C (5). (Solid-solid transitions are preferred for calibration, as they do not super cool upon cooling.) Adamantane is available in high purity, is considered to be a low health hazard, low flammability, and low reactivity and is non-hazardous for transportation purposes. It sublimes before melting and so has no melting point.

A larger quantity of high purity adamantane was purchased from Sigma-Aldrich Fine Chemicals (Milwaukee, WI) to serve as a candidate reference material. Sigma-Aldrich reports that the material is >99 % pure. It was found to be 99.83 mol % pure by ASTM International standard E 928(6).

EXPERIMENTAL

The temperature and enthalpy of the adamantane polymorphic transition were measured using a series of TA instruments Differential Scanning Calorimeter models Q1000 and Q2000 equipped with Refrigerated (RCS) or Liquid Nitrogen Cooling Systems (LNCS). The aluminum sample pans used throughout were passivated for mercury service by heating for 30 minutes to 500 °C in an air atmosphere (3).

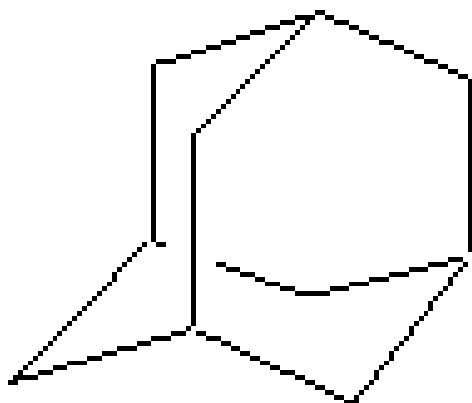


Figure 1 Adamantane structure (courtesy of Sigma-Aldrich Fine Chemicals).

weighed internal standard NIST SRM 2225 was run in the same pan as the adamantane at 2 °C/min from –75 to –25 °C. All samples and reference materials were weighed using a traceably calibrated Cahn C33 Microbalance readable to 1 µg. A typical thermal curve of the adamantane with its mercury internal reference material is presented in Figure 2.

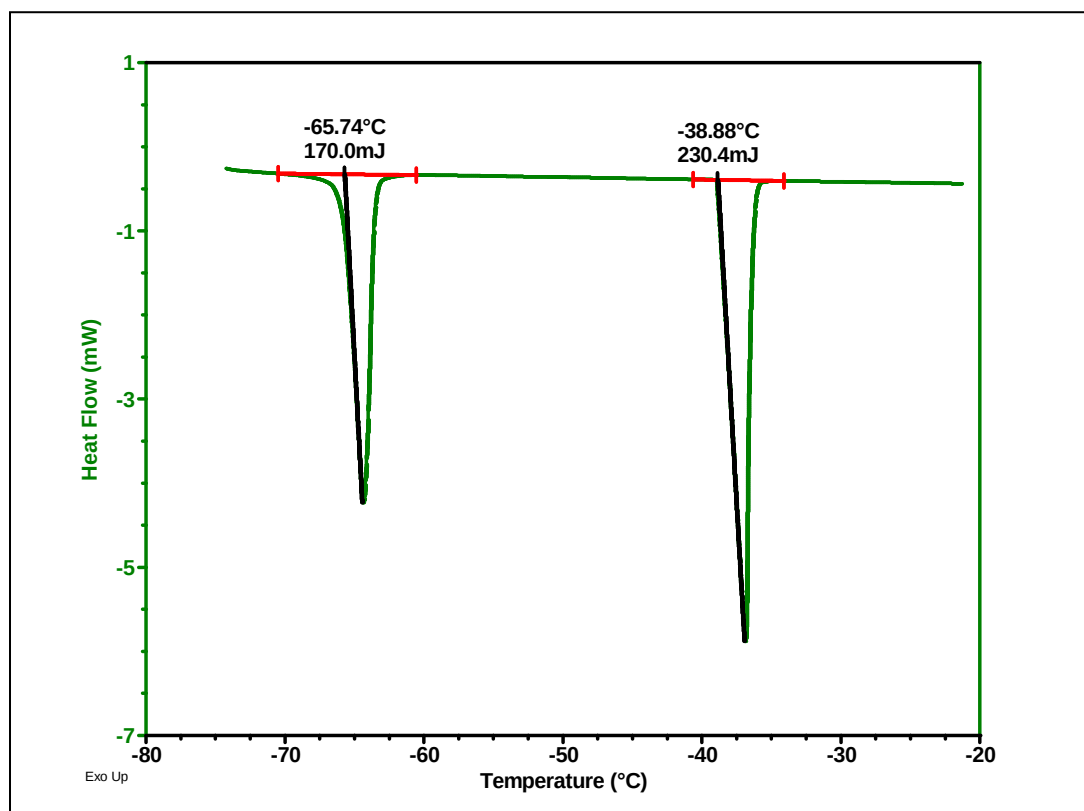


Figure 2 Adamantane and mercury thermal curve.

As a test for homogeneity, ten replicate determinations were performed using aliquots from three different parts of the lot of adamantane on three different instruments. All measurements were run on the materials as received.

CALCULATIONS

The temperature and enthalpy of the adamantane transition were determined by direct comparison to the mercury internal standard. The mean values for the 10 replicate determinations on each of the instruments are presented in Table 1. The results from the three aliquots are statistically similar demonstrating homogeneity. The overall mean value for the three laboratories is $-65.542\text{ }^{\circ}\text{C}$ with a pooled within laboratory repeatability standard deviation of $0.167\text{ }^{\circ}\text{C}$ and a between laboratory reproducibility standard deviation of $0.110\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Apparatus	Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Std. Dev. ($^{\circ}\text{C}$)	Enthalpy (J/g)	Std. Dev. (J/g)
Q1000	-65.415	0.046	20.970	0.686
Q2000	-65.615	0.168	20.446	0.964
Q1000	-65.595	0.231	20.279	0.811
Mean	-65.542		20.565	
Std. Dev.	0.110		0.361	
Pooled		0.167		0.828

Table 1 Adamantanane interlaboratory test results.

For enthalpy, the mean value for the three laboratories is 20.565 J/g with a pooled within laboratory repeatability standard deviation of 0.828 J/g and a between laboratory reproducibility standard deviation of 3.61 J/g .

These within laboratory repeatability and between laboratory reproducibility values are combined with the uncertainty of the NIST SRM mercury value as the square root of the sum of their squares to yield an overall measurement standard deviation of $\pm 0.20\text{ }^{\circ}\text{C}$ and $\pm 0.90\text{ J/g}$, respectively. These values statistically differ from the $-64.53\text{ }^{\circ}\text{C}$ transition temperature and 24.8 J/g enthalpy reported by Westrum (5, 7).

Because of the direct comparison of the temperature and enthalpy values of the adamantane to the SRM mercury, the transition temperature and enthalpy values obtained are certified and traceable to an NMI. This thoroughly tested and validated reference material is now commercially available from TA Instruments in 0.4 g quantities as part number 970489.901.

Calibration on Cooling

One of the requirements for the quantitative heat flow measurement by DSC is that the temperature sensor needs to be external to the test specimen (8). The farther the temperature sensor is removed from the test specimen, the greater will be the difference between the indicated temperature and the actual specimen temperature, with the actual temperature ordinarily lagging behind the indicated temperature. That is, the indicated temperature is normally higher than the actual temperature under heating condition. Of course, this effect is corrected by temperature calibration in the normal way using indium (9,10).

Most DSC calibration is performed on heating. This leads to an error in the temperature indication on cooling due to hysteresis. Menczel and coworkers demonstrated that this hysteresis is a function of heating/cooling rates and is as much as 1.7 °C when even modest heating rates of 20 °C/min are used (11,12). These same authors suggested the use of liquid crystal materials that have little or no supercooling as a tool for the calibration of this effect. This approach is now manifested in ASTM International standard E 2069 (13).

This same approach may be used to characterize the hysteresis (τ lag) on cooling. A plot of the temperature offset for a rapid transition as a function of temperature rate of change was suggested by a number of authors as a tool for characterization of the performance of individual DSC instruments (1, 2, 4, 14).

Obtaining materials with little or no supercooling, ready availability and low of toxicity has proven to be a surprisingly difficult task. Many materials have been examined with modest success. One suitable candidate is adamantane suggested by Hakvoort and coworkers (3, 4).

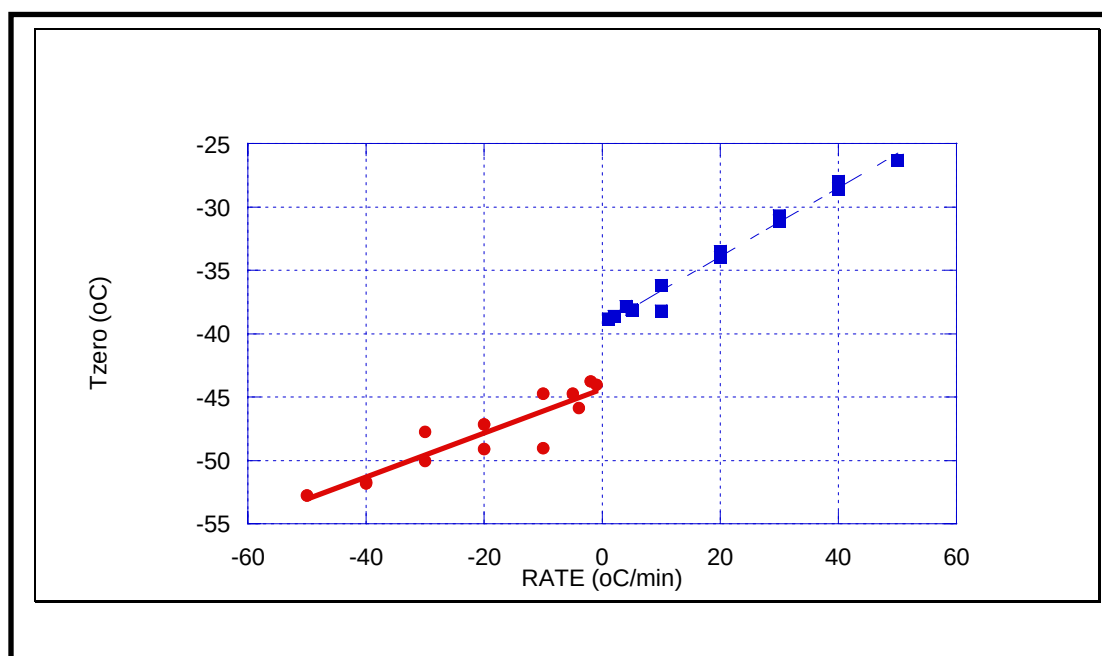


Figure 3 Effect of temperature rate of change on mercury indicated temperature.

EXPERIMENTAL

A single sample of adamantane and mercury was repeatedly heated and cooled under temperature program conditions ranging from -40 to $+50$ $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ in a TA Instruments Q1000 DSC equipped with a Refrigerated Cooling System (RCS). The Q1000 with its Tzero Technology™ (15, 16) has the ability to determine and report temperatures from several positions along the heat flow path to the test specimen ranging from the temperature at the block surrounding the sample (T1), to the heat flow sensor (T4), and finally at the sample pan (T4P). The apparatus was first temperature calibrated using certified and traceable indium metal and ASTM International standard E967 (9,10).

DSC performance may be characterized using a plot of temperature offset as a function of temperature rate of change. An example using the mercury reference material is shown in Figure 3. Four characteristics of the curve may be observed including 1) the slope of the line upon heating (shown on the right), 2) the slope of the line upon cooling (shown on the left), 3) the value at zero heating rate, and 4) and offset in going from heating to cooling.

For mercury shown in Figure 3, the heating rate portion of the curve extrapolates to zero at the calibration temperature of -38 $^{\circ}\text{C}$. The offset observed in going from heating to cooling is indicative of supercooling. And finally the lower line slope on cooling, compared to that for heating shows, that the instrument is optimized for cooling experiments.

Figure 4 shows a plot of the indicated temperature at the Pan Temperature (T4P) as a function of heating/cooling rate for adamantane. The slope of this line is called tau (τ) and is expressed in seconds. The value 1.7 s, confirmed by the work of Schick and coworkers (14), indicates a very low, almost negligible dependence of the indicated temperature on heating rate over the temperature rate of change from -40 to $+50$ $^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

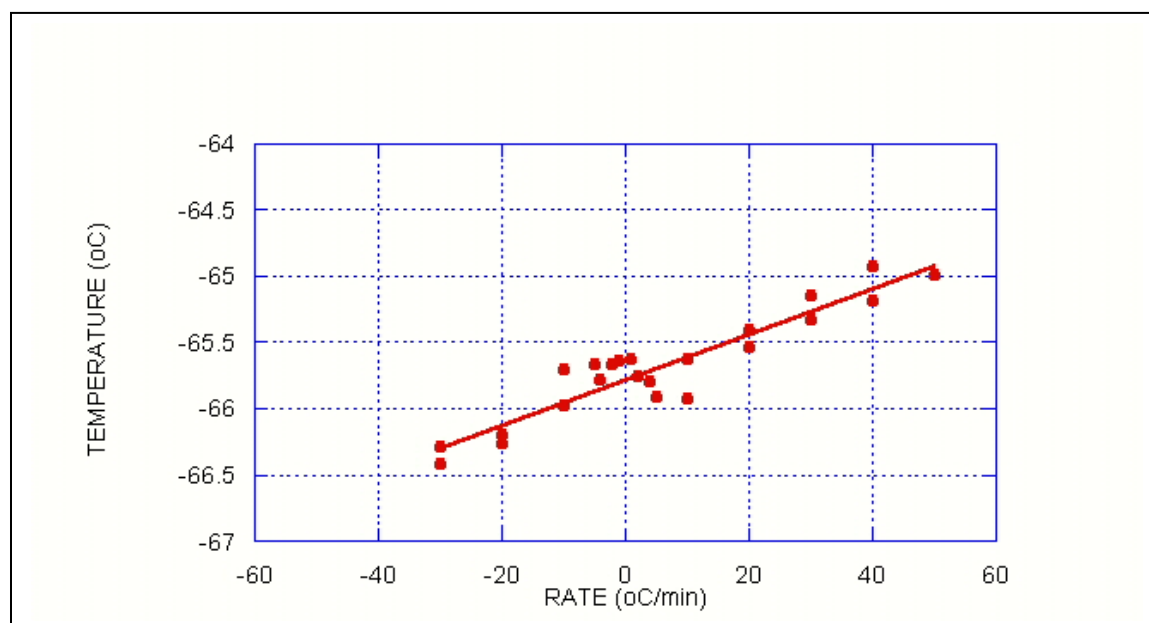


Figure 4 Effect of temperature rate of change on sample pan temperature using adamantane

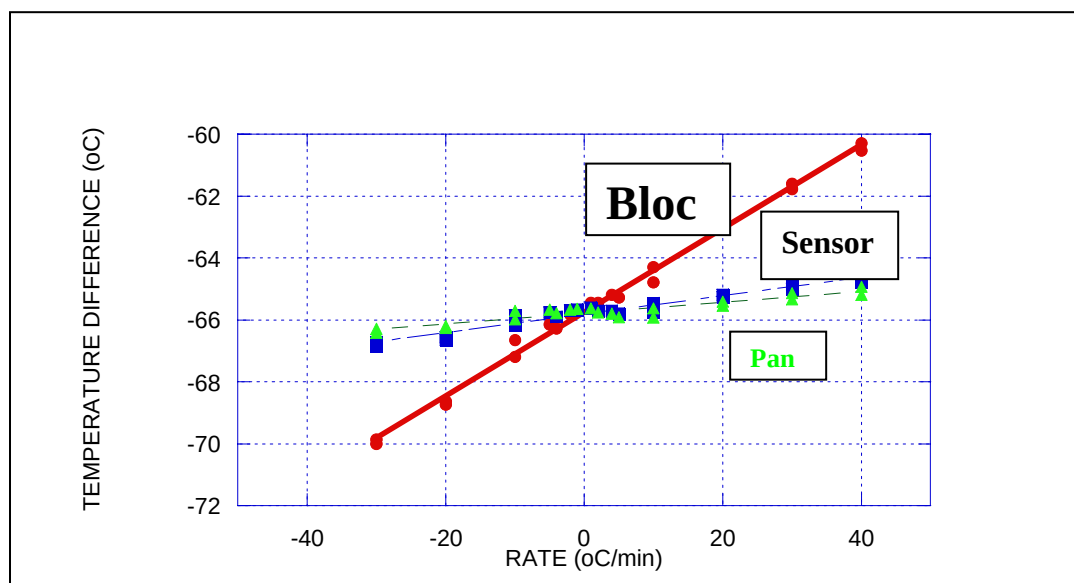


Figure 5 Effect of temperature rate of change on indicated temperature at measured at differing location

A comparative plot of the temperatures observed in various locations in the Tzero DSC is illustrated in Figure 5. This figure demonstrates the Boersma principle that the closer the measured temperature is to the test specimen, the more accurate (less tau lag) the temperature will be where the tau values are 7.8 s for the block temperature, 1.8 s for the heat flow sensor and 1.7 s for the pan temperature.

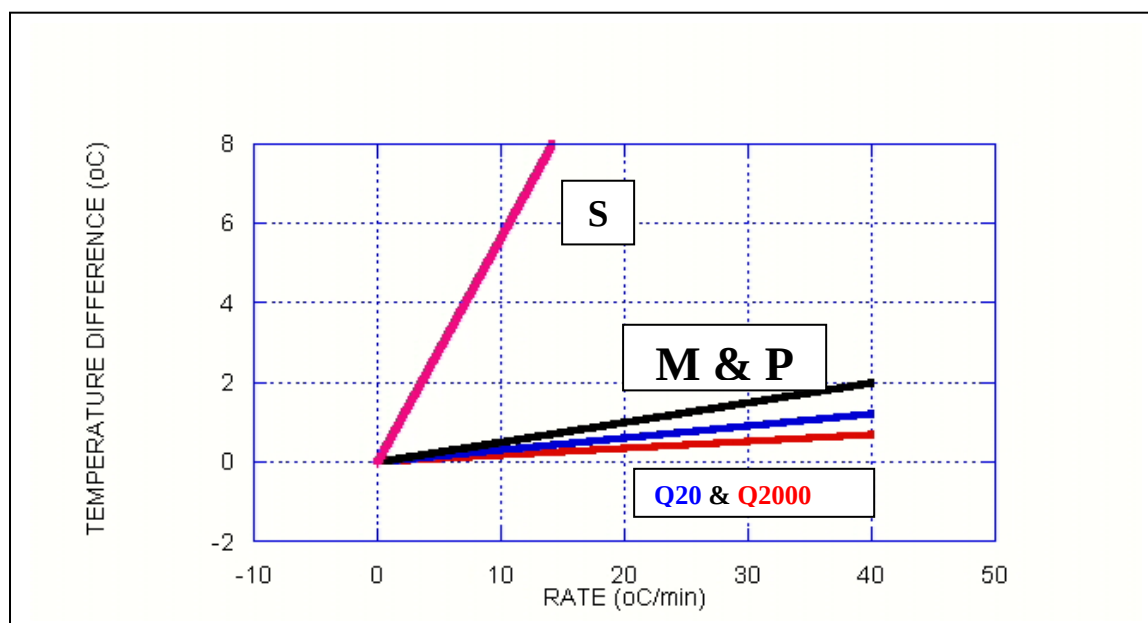


Figure 6 Effect of temperature rate of change on various DSC models (data taken from reference 14).

Finally Figure 6 shows the same kind of data obtained by Neuenfeld and Schick (14) presented in a similar format illustrating the very large range in DSC performance from one instrument model to another.

SUMMARY

In summary, a lot of adamantane was characterized in an interlaboratory test for its transition temperature and enthalpy to produce a certified reference material that is traceable to an NMI. This reference material is now commercially available for calibration in the subambient temperature region. This same material may be used to characterize the temperature rate of change dependence of any DSC, and may be used to calibrate instruments with a strong rate dependence upon heating and cooling. Finally, a Tzero technology based DSC is shown to have a very low, nearly negligible, temperature rate of change dependence over a 90 °C/min heating/cooling rate temperature range.

REFERENCES

1. G. Hakvoort and C. M. Hol, "DSC Investigation of Some Testing and Calibration Compounds, Particularly During Cooling", *Journal of Thermal Analysis*, **1998**, 52, pp. 192-202.
2. G. Hakvoort and C. M. Hol, "DSC Calibration During Cooling", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **1999**, 56, pp. 717-722.
3. D. M. Price, "Temperature Calibration of Differential Scanning Calorimeters", *Journal of Thermal Analysis*, **1995**, 45, pp. 1285-1296.
4. G. Hakvoort, "DSC Calibration Below 0 °C", *Journal of Thermal Analysis*, **1994**, 41, pp. 1551-1555.
5. E.F. Westrum, Jr. "The Thermophysical Properties of Three Globular Molecules", *Journal of Physical Chemistry of Solids*, **1961**, 18 (1), pp. 83-85.
6. E 928, "Standard Test Method for Purity by Differential Scanning Calorimetry", ASTM International, West Conshohocken, PA.
7. S.-S Chang and E.F. Westrum, Jr., "Heat Capacities and Thermodynamic Properties of Globular Molecules. I. Adamantane and Hexamethylenetetramine", *Journal of Physical Chemistry*, **1960**, 64, pp. 1517-1551.
8. S. L. Boersma, "A Theory of Differential Thermal Analysis and New Methods of Measurement and Interpretation", *Journal of the American Ceramic Society*, **1955**, 38 (8), pp. 281-284.
9. E 967, "Standard Test Method for Temperature Calibration of Differential Scanning Calorimeters and Differential Thermal Analyzers", ASTM International, West Conshohocken, PA.
10. E 968, "Standard Practice for Heat Flow Calibration of Differential Scanning Calorimeters", ASTM International, West Conshohocken, PA.
11. J. D. Menczel and T. M. Leslie, "Temperature Calibration of an Electrical Compensation DSC on Cooling Using Thermally Stable High Purity Liquid Crystals", *Journal of Thermal Analysis*, **1993**, 40, pp. 957-970.
12. J. D. Menczel, "Temperature Calibration of Heat Flux DSC's on Cooling", *Journal of Thermal Analysis*, **1997**, 49, pp. 193-199.
13. E 2069, "Standard Test Method for Temperature Calibration on Cooling of Differential Scanning Calorimeters", ASTM International, West Conshohocken, PA.
14. S. Neuenfeld and C. Schick, "Verifying the Symmetry of Differential Scanning Calorimeters Concerning Heating and Cooling Using Liquid Crystal Secondary Temperature Standards" *Thermochimica Acta*, **2006**, 446, pp. 55-65.
15. R. L. Danley, "New Heat Flux DSC Measurement Technique", *Thermochimica Acta*, **2003**, 395, pp. 201-208.
16. R. L. Danley, "Heat Flux Differential Scanning Calorimeter System", U.S. Patent, 6,431,741, Aug. 13, 2002.

Cursussen

THERMISCHE ANALYSE van de PAON

3-daagse cursus; 10, 11 en 12 december 2008, Veldhoven

http://paon.nl/profile/q/title/THERMISCHE+ANALYSE/page/profile_view/profile_id/408

Deze opleiding 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. Na deze drie dagen 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 lagen 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.

Locatie / plaats:

NH-congreshotel Koningshof, Veldhoven (tel. hotel: +31(0)40-2581918)

Opleidingprijs:

€ 1.695,- incl. uitgebreide handouts, lunches en diners (excl. BTW)

De twee daagse Thermische Analyse cursus van de TAWN met de nadruk op praktisch handelen zal waarschijnlijk in de eerste helft van volgend jaar worden georganiseerd.

Ooproep voor het houden van lezingen op de Thermische Analyse Dag 2008.

Eventuele bijdrage kunnen al kenbaar gemaakt worden bij de secretaris of voorzitter van het TAWN bestuur. De adressen vindt U vooraan in dit Bulletin.



<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/>

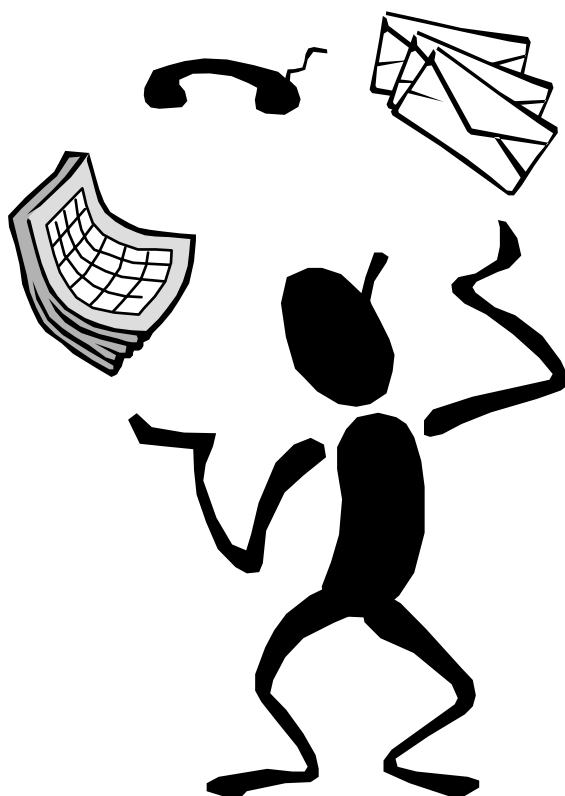
<http://www.thermalmethodsgroup.org.uk>

www.ankersmid.com/

www.trilogica.com/

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

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



Thermische Analyse Bulletin
Jaargang 30