

Thermische analyse krijgt turbo van drie mkb'ers

Een gelegheidsalliantie van de Nederlandse bedrijven Xensor, Anatech en Scite leverde een thermisch meetinstrument op dat vijfduizend keer sneller is dan zijn voorgangers. Daarmee kunnen onderzoekers metingen doen waar ze nooit van hadden durven dromen.

Paul van Gerven

Informatie over de onderlinge ordening van moleculen in een materiaal is voor chemici, fysici en andere onderzoekers goud waard. Deze ordening draagt namelijk in belangrijke mate bij aan de macroscopische eigenschappen van materialen, zoals elektrische geleiding, elasticiteit of kleur. Alleen met gedetailleerde informatie op moleculair niveau kunnen chemici deze eigenschappen en de bijbehorende productieprocessen optimaliseren.

Thermische analyse is een van de meest generieke en praktische methodes om deze informatie boven water te krijgen, en apparatuur daarvoor behoort dan ook tot het standaardinventaris van menig laboratorium. Daaronder is meestal wel een *differential scanning calorimeter* (DSC) te vinden. Dit apparaat laat een sample en een referentie een van tevoren ingegeven temperatuurcyclus doorlopen, onderwijl metende hoeveel warmte het monster afgeeft of juist opneemt. De meting toont processen waar meer aan de hand is dan alleen opwarmen of afkoelen van het materiaal in kwestie: bij een faseovergang als smelten komt bijvoorbeeld warmte vrij en de DSC registreert dat. Ook chemische reacties of subtiele verschuivingen in de manier waarop polymerketens tegen elkaar aanliggen, komen met een DSC-meting aan het licht.

De DSC is echter niet altijd inzetbaar. Voor een goede meting moet er voortdurend een warmte-evenwicht met de omgeving zijn. Het opwarmen en afkoelen gaat daarom in vrij laag tempo – veel langzamer in ieder geval dan in de echte wereld. Bij spuitgieten koelt het polymeer doorgaans bijvoorbeeld vele malen sneller af dan een DSC ooit bij zou kunnen houden. Het is goed mogelijk dat het spuitgietpolymeer daardoor in een metastabiele toestand blijft haken die in een DSC-meting onopgemerkt blijft. Dat levert wel eens onaangename verrassingen op.

Verende pennen

In dat probleem zagen de Delftse sensorspecialist Xensor en twee Limburgse bedrijven,

apparatenbouwer Anatech en chemische R&D-ondersteuner Scite, wel brood. Het idee kwam oorspronkelijk van Scite, dat aan de kant van de gebruiker staat. Scite zocht contact met Anatech, dat ervaring heeft met DSC (zie *Mechatronica Magazine* 9, 2009), en Anatech op zijn beurt kwam na enig speurwerk uit bij Xensor, dat al twintig jaar de cruciale sensorchips voor een bepaald slag DSC'en



De Mems-chip van Xensor vormt het hart van de supersnelle DSC die Mettler-Toledo inmiddels op de markt heeft gebracht.

verkoopt. Met een subsidie ging het drietal acht jaar geleden gezamenlijk aan de slag.

Hun idee was om de hoeveelheid te verwarmen materiaal sterk te reduceren. Dat geldt voor het sample (typisch enkele milligrammen), maar zeker ook voor het aluminium cupje waarin dat normaal gesproken wordt gestopt voor een meting. Hoe meer massa moet worden opgewarmd, hoe langzamer het immers gaat. In het nieuw ontwikkelde apparaat wordt een relatief klein beetje materiaal (een paar microgram tot zelfs tien nanogram) direct aangebracht op een chip, bedoeld voor een of meerdere metingen aan één sample. 'Na de meting kun je de chip met sample archiveren om haar later eventueel te herhalen, maar je kunt er geen nieuw sample op aanbrengen', zegt managing director Floor van Herwaarden van Xensor.

Het hart van de chipsensor is een twee micrometer dun membraan, waarop het sample wordt aangebracht. Eromheen, geïntegreerd in de chip, liggen thermokoppels en verwarmingselementen gearrangeerd. De hele chip zit vastgelijmd op een keramiekplaat met geleidende sporen die verbonden zijn met de chip. Als de plaat in de DSC wordt geplaatst, maken deze sporen contact met verende pennen, die de signalen doorgeven aan de regel- en meetelektronica.

'Het is een Mems-chip, gemaakt door ets- en depositiestappen', legt Sander van Herwaarden uit. Ook hij is managing director van Xensor, maar anders dan zijn broer Floor houdt hij zich vooral bezig met de techniek. 'Het membraan is gemaakt van siliciumnitride: een goede thermische isolator, maar toch stevig. Voor een wegwerpproduct moet de opbrengst immers groot zijn. Verder hebben we nog laagjes siliciumdioxide en aluminium om de warmte van verwarmingselementen naar het membraan te leiden.'

Veelbelovend

Het resultaat van deze slimme constructie, waaromheen Anatech een apparaat ontwikkelde, is een tot wel vijfduizend keer snellere DSC: opwarmen kan tot veertigduizend graden per seconde, afkoelen tot vierduizend graden per seconde. Een meting is dus in een flits klaar.

Daar was Mettler-Toledo, een grote naam in laboratoriumapparatuur, van onder de indruk. De Amerikaans-Zwitserse firma kocht de kennis, voegde zijn eigen bedieningssoftware toe en introduceerde het apparaat eerder dit jaar op de Pittcon-vakbeurs, waar ruim vijftig jaar eerder ook de allereerste DSC aan het publiek was getoond. De jury van vakblad *Instrument Business Outlook*, uiteraard aanwezig op de Pittcon, was eveneens onder de indruk. Zij betitelde de Mettler-Toledo Flash DSC 1 als een van de drie meest veelbelovende nieuwe producten. ■