

FACET

informatieblad van de

dutch association for crystal growth



NVKG

nederlandsche vereniging voor kristalgroei

29 oktober 2007

nummer 2

FACET

informatieblad van
de NVKG, sectie van
de KNCV en de NNV

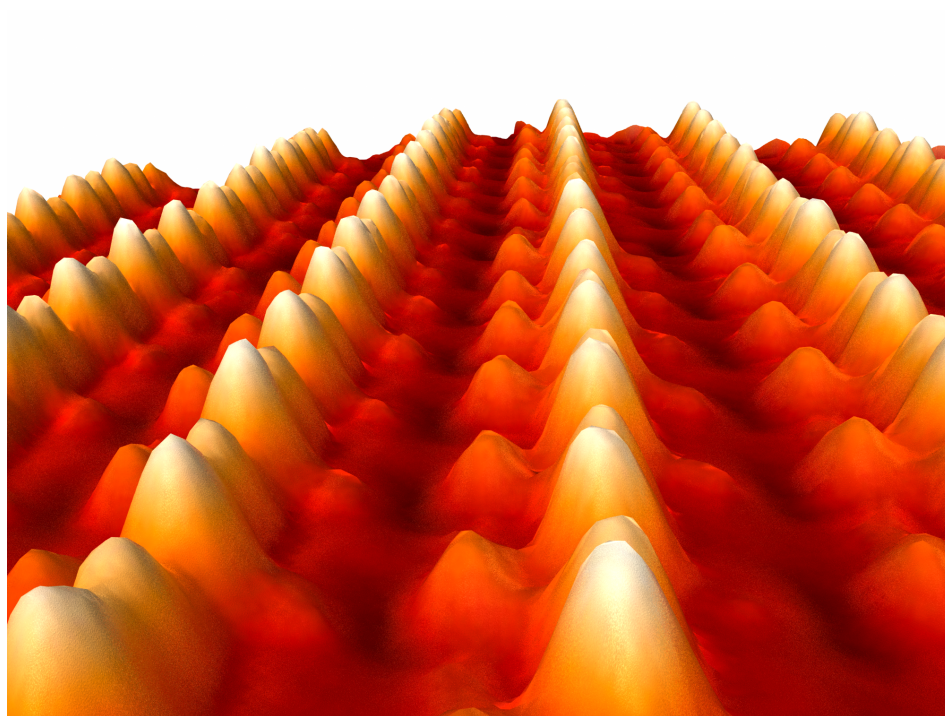
redactie

R. van Gastel

Redactieadres

dr. R. Van Gastel
VasteStofFysica
Universiteit Twente
Postbus 217
7500 AE Enschede
tel (053) 4893106 (3147)
fax (053) 4891101
R.vanGastel@tnw.utwente.nl

inhoud:



Redactioneel en mededelingen	2
<u>NVKG jaarvergadering 2007</u>	3
Notulen jaarvergadering 2006	4
Agenda jaarvergadering 2007	5
Recente proefschriften	5
Congressen en symposia	7

Secretariaat NVKG

Prof.dr. J.P.J.M. van der Eerden
Universiteit Utrecht
Condensed Matter and Interfaces
P.O. Box 80000
3508 TA Utrecht
Tel: 030 - 2533125
Fax: 030 - 2532403
E-mail: J.P.J.M.vanderEerden@chem.uu.nl

Bestuur NVKG

prof.dr. E. Vlieg	voorzitter
prof.dr. J. van der Eerden	secretaris
dr. P. Verwer	penningmeester
dr. R. van Gastel	FACET/WWW
dr. J. ter Horst	lid
dr.ir. L. van Oord	lid
dr. G. Bögels	lid

Omslagfoto/Cover

Atomaire Pt ketens op een Pt gemodificeerd Ge(001) substraat, bekeken met STM bij kamertemperatuur (Biasspanning ~ 1.5 V, tunnelstroom 0.45 nA). Het Pt is gedeponeerd bij kamertemperatuur in UHV via weerstandsverhiiting van een W filament dat met Pt omwikkeld was. De Pt atomen mengen eerst met het Ge substraat, maar verschijnen als atomaire ketens aan het oppervlak na een anneal stap bij hoge temperatuur. De atomaire Pt ketens zijn letterlijk kink- en defect vrij, en hebben lengtes tot enkele honderden van nanometers.

Meer informatie kan ook gevonden worden in de volgende tijdschriften:

Applied Physics Letters 83(22), 4610-4612 (2003)
Physical Review Letters 95(11), 116801 (2005)
Nano Letters 6(7), 1439-1442 (2006)
Nanotechnology 18(36), 365305 (2007)

De figuur is aangeleverd door Arie van Houselt en Harold Zandvliet van de Universiteit Twente.

Electronische verzending FACET

Indien U deze FACET niet via de reguliere mailing aan de NVKG-leden heeft ontvangen, vragen wij U om aan de [redactie](#) van de FACET een geldig emailadres door te geven,

danwel kenbaar te maken of U de FACET in papieren vorm wilt blijven ontvangen.

De FACET verschijnt uiteraard ook nog altijd gelijktijdig met de emailversie op de website van de NVKG. De meest recente FACET kan daar te allen tijde uit het FACETtenarchief gedownload worden. Net zoals de vorige elektronische FACETten, bevat ook dit exemplaar weer handige, automatische links voor web en e-mail.

Redactioneel

Voor u ligt de tweede FACET van het jaar 2007. Traditiegetrouw sluiten we het kristalgroeijaar af met de jaarvergadering, die dit jaar weer bij een bedrijf zal plaatsvinden, te weten Avantium in Amsterdam. Na een geslaagd voorjaarssymposium in Leiden en de ICCG in Salt Lake City hopen we ook bij deze bijeenkomst weer vele leden te verwelkomen voor een interessant kristalgroeiprogramma (zie verderop in deze FACET).

Een vast item op deze plek is de oproep voor input voor de FACET. Wat kunt u bijdragen ?

- Aankondigingen van lezingen, symposia en congressen (niet alleen de activiteiten die u zelf organiseert, maar ook activiteiten waarover u langs andere weg bent geïnformeerd)
- Verslagen van (kristalgroei)-conferenties
- Artikelen (mag ook heel kort zijn!) over een opmerkelijke ontdekking
- Advertenties: bijvoorbeeld i.v.m. vacature
- Omslagfoto's (met toelichting). Telkens zal de beste ingezonden foto op de omslag van de FACET worden afgedrukt samen met een korte toelichting aan de binnenzijde van het blad. Bovendien zullen de foto's op de fotogalerij van onze webstek worden gepost.

De drempel voor uw bijdragen is *zeer laag*: aanleveren kan per brief, fax, [e-mail](#), of telefoon. En we staan natuurlijk open voor alle direct of indirect met de NVKG verwante onderwerpen. De volgende FACET verschijnt volgens schema begin mei 2008.

[Raoul van Gastel](#)

Annual meeting of the Dutch Association for Crystal Growth

When: 16 November 2007
Where: Avantium Technologies
Zekeringstraat 29
1014 BV Amsterdam

09:45	Coffee	
10:15	Welcome at Avantium	
10:30	Polymorph, salt and co-crystal screening	Peter Cains Avantium Technologies
11:00	Crystallisation of Pharmaceutical Compounds: Scaling up	Melissa Birch Crystallisation and Particle Engineering Group Pfizer Materials Science
11:45	The emergence of a single chiral solid state from a racemic amino acid derivative	Wim Noorduin Solid State Chemistry Radboud University Nijmegen
12:15	Lab Tour	
13:00	Lunch	
13:30	DACG Annual Meeting	
14:00	DACG/KNCV Prize winning lecture	
14:30	Co-crystallization	Nair Rodriguez-Hornedo Department of Pharmaceutical Sciences University of Michigan College of Pharmacy
15:15	Discovering new co-crystals	Joop ter Horst Process & Energy Laboratory TU Delft
15:45	Closing reception	

Due to the limited number of places in the lecture room, Avantium can only host 30 participants. Please register with J.H.terHorst@tudelft.nl. Directions to get to Avantium Technologies by public transport and car are available at www.Avantium.com.



Notulen jaarvergadering 2006

Notulen NVKG jaarvergadering 2006, gehouden op 17 november 2006 bij TU Delft

Aanwezig: de bestuursleden Joop ter Horst, Raoul van Gastel, Elias Vlieg en ca. 10 leden.

Afwezig met kennisgeving: Jan van der Eerden, Jelena Arsic, Gert-Jan Bögels en Lianne van Oord.

1. Opening

De voorzitter opent de vergadering om 12.15 uur en bedankt de TU Delft voor de geboden gastvrijheid voor zowel de vergadering als het wetenschappelijk gedeelte, in het bijzonder omdat op het laatste moment de oorspronkelijke locatie, Friesland Foods in Deventer, niet beschikbaar was i.v.m. een verbouwing.

2. Notulen vorige jaarvergadering

Worden zonder commentaar goedgekeurd.

3. Jaarverslag 2005/2006

Het jaarverslag wordt goedgekeurd.

4. Financieel jaarverslag 2005/06

De penningmeester heeft een beknopt financieel jaarverslag gemaakt dat door de kascommissie (Jan van Kessel en Jan Meijer) is goedgekeurd. Een nadere toelichting ontbreekt, maar er zijn geen vragen en het verslag wordt goedgekeurd en de penningmeester gedechargeerd. De voorzitter bedankt de leden van de kascommissie en de penningmeester. Voor volgend jaar worden Jan van Kessel en Herman Kramer bereid gevonden als leden van de kascommissie te fungeren.

5. Mededelingen bestuur

1. Bij de meest recente bestuursvergadering (waarbij het voltallige bestuur aanwezig was!), is op verzoek van het KNCV bestuur gesproken met een delegatie van deze vereniging. De KNCV is graag bereid de NVKG te ondersteunen. O.a. is de afspraak vernieuwd dat ieder de helft betaald van de NVKG/KNCV kristalgroeprijds.
2. I.v.m. de organisatie van de ISIC-2008 conferentie (Maastricht) is de "Stichting International Conferences on Crystal Growth" gereactiveerd en zijn Lianne van Oord en Rob Geertman respectievelijk als voorzitter en vice-voorzitter benoemd.
3. Het bestuur is over het algemeen tevreden over het functioneren van de vereniging. De Facet verschijnt regelmatig (kopij, o.a. samenvattingen van proefschriften, blijft welkom) en is een nuttig informatiekanaal. De hoofdambitie blijft om tweemaal per jaar een NVKG activiteit te ontplooiën: een kristalgroei-symposium in het voorjaar en de jaarvergadering in het najaar. Ook deze keer is de bijeenkomst met ca. 36 deelnemer goed bezocht. Uit het jaarverslag blijkt dat de (leden van de) vereniging actief betrokken zijn bij tal van andere activiteiten (dit jaar o.a. de bijeenkomst samen met BACG in Edinburgh).
4. Als leden wel een acceptgiro maar geen Facet ontvangen, kunnen ze hun correcte e-mail adres doorgeven aan Raoul van Gastel.

6. Activiteiten 2007

1. Mogelijke locatie voor het kristalgroei-symposium is Leiden; er moet nog contact opgenomen worden met eventuele lokale organisatoren.
2. Friesland Foods Deventer wil heel graag de jaarvergadering 2007 organiseren om de onverwachte problemen van deze keer te compenseren.

3. In 2007 zal bij de jaarvergadering weer de NVKG/KNCV kristalgroeprijns worden uitgereikt. De jury bestaat uit Rob Geertman (voorzitter), Geert-Jan Witkamp en Paul Verwer.
4. Het organiseren van een kristalgroeiwedstrijd voor middelbare scholieren (naar het voorbeeld van België) staat nog steeds op de agenda. Joop ter Horst en Hugo Meekes hebben aangeboden zich ook hiervoor in te zetten.

7. Bestuurssamenstelling

I.v.m. een functiewijziging heeft Jelena Arsic verzocht te mogen stoppen met haar functie in het NVKG bestuur. Paul Verwer is bereid het penningmeesterschap over te nemen en zijn kandidatuur wordt door de leden van harte ondersteund.

8. & 9. Rondvraag en sluiting

Er wordt geen gebruik van de rondvraag gemaakt en de voorzitter sluit de vergadering om 12.40 uur.

Jaarverslag NVKG

Het jaarverslag 2006/2007 was bij het online gaan van deze FACET nog niet gereed en zal bij de jaarvergadering ter beschikking gesteld worden.

Agenda NVKG Jaarvergadering 2007

Te houden: 16 november 2007 (Avantium, Amsterdam)

1. Opening
2. Notulen jaarvergadering 2006
3. Jaarverslag 2006/2007
4. Financieel Jaarverslag 2006/2007
5. Mededelingen bestuur
6. Uitreiking NVKG/KNCV kristalgroeprijns 2007
7. Activiteiten 2007
8. Bestuurssamenstelling en verkiezing nieuwe kascommissieleden
9. Rondvraag
10. Sluiting

Recente proefschriften

Dr. Marija Matovic.

"Investigation of Binary Solid Phases by Calorimetry and Kinetic Modelling"

Promotores: Prof. Dr. H.A.J. Oonk en Prof. Dr. E. Vlieg

Co-promotores: Dr. J.C. van Miltenburg en Dr. J.H. Los

Verdedigd op: 31 mei 2007

The traditional methods for the determination of liquid-solid phase diagrams of mixtures are based on the assumption that the overall equilibrium is established between the phases. Although these methods reveal valuable information about the phase behaviour and the mixing properties of the phases, one should realize that on a relevant time scale overall equilibrium will hardly be reached between the entire amounts of the solid and liquid phases.

Typically, the result of the crystallization of a liquid mixture will be a non-equilibrium or metastable state of the solid. For a proper description of the crystallization process the equilibrium approach is practically insufficient. In Chapters 2 and 3, it has been shown that a kinetic approach is required for successful prediction of the state of the solid phase. In Chapter 2, the slow crystallization of binary mixtures of 1,4-dichlorobenzene and 1,4-dibromobenzene was performed in the adiabatic calorimeter. For slow transition process that takes place at near equilibrium conditions, we could assume that the liquid phase was in equilibrium only with the growing solid phase, i.e., the solid phase at the surface. Then, the compositions of the liquid phase and the surface layer of the solid change along the liquidus and solidus lines of the equilibrium phase diagram. This assumption was quantitatively expressed in a kinetic model, which successfully reproduced the experimental enthalpy curve of the mixture, measured during slow cooling in the adiabatic calorimeter. The applicability of the introduced model was extended to a new method for the determination of the excess properties when the cooling path of the mixture was at disposal. In this way, the excess quantities can be obtained by using a relatively simple method, which basically requires only the knowledge of the cooling curve of the mixture. Finally, the phase diagram was achieved having the advantage over traditionally determined phase diagrams, in the sense that both excess enthalpy and entropy were derived without assuming complete equilibrium between totally homogeneous phases. However, this method is appropriate only for slow crystallization and it cannot be applied for conditions away from near-equilibrium, which often occur in the practice.

The crystallization mostly takes place at a certain degree of undercooling, i.e. at conditions well away from equilibrium. For the description of crystal growth at conditions far from equilibrium, the non-equilibrium or kinetic segregation has to be defined, by which the actual composition of the growing solid phase can be determined for the given composition of the liquid phase and temperature. The compositions of the growing solid, i.e. the kinetic segregation, may considerably deviate from that predicted by the equilibrium phase

diagram. To study the crystallization of the mixture of 1,4-dichlorobenzene and 1,4-dibromobenzene at non-equilibrium conditions we designed an experimental set-up described in Chapter 3. The composition of the grown solid phase was measured by the gas chromatography and the results were compared to that calculated from the equilibrium and kinetic segregation model. Additionally, we took into account that the segregation induced composition gradients, as well as the temperature gradients in the liquid phase, allowing the properties of liquid phase near the solidification front to be different from those in the bulk. Thus, for the description of the crystallization process we included mass and heat transport limitations, which enabled the determination of so-called effective segregation. The experimental results, showing a reduced segregation, agreed very well with the solid compositions calculated from the proposed kinetic model, while the solid compositions predicted by equilibrium show too strong segregation. In this way, we have verified the performance of the kinetic model coupled with mass and heat transport limitations. These results show the effect of interfacial undercooling on the segregation during growth in mixed molecular systems. It appears that for the presented model system, this effect is still moderate. However, for molecular systems with higher melting entropy, such as fats, the effect of the interfacial undercooling will be considerably larger.

Triacylglycerols (TAGs) are the main constituents of edible fats and oils, which make the knowledge of their thermodynamic properties very important for food industry. These compounds exhibit polymorphism and thereby introduce complex phase behaviour in the food products. In Chapter 4, the thermal behaviour of different polymorphs of the three pure TAGs, being tristearin (SSS), tripalmitin (PPP) and triolein (OOO), was studied. A detailed thermal analysis of SSS and the investigation of its polymorphism were performed by means of adiabatic and differential scanning calorimetry. Specific heat capacities of the α - and β -polymorphic forms of SSS, together with the enthalpies of fusion and melting temperatures are reported and compared to the literature values. Additionally, we examined the fleeting existence of the β -polymorph of SSS and its transformation to

the b-phase under isothermal conditions in the DSC. The adiabatic data from melting of the b-polymorphs of SSS, EEE and PPP were used for the determination of their purities. The purities were calculated by two methods, both based on the assumption that the compound and impurity form a eutectic mixture. The results of these methods, for the first and the second melting of the compounds, show some discrepancies due to crystal imperfections in the b-polymorph formed after the first melting. Nevertheless, we concluded that the investigation of the phase behaviour of the binary mixtures of the mentioned TAGs would not be disturbed by the estimated amounts of impurities.

In Chapter 5, the thermal analysis of three binary mixtures of TAGs, being EEE-SSS, EEE-PPP and PPP-SSS, was performed in the DSC and the adiabatic calorimeter. The phase diagrams of the b-polymorph of the mixtures were constructed using the DSC data obtained from slow cooling of the melts and subsequent melting of the formed solid phases. In all three binary mixtures the miscibility of the components is very limited in the most of the composition range. For the EEE-SSS system, the SSS-rich mixtures form solid solutions. The components EEE and PPP do not co-crystallize in a solid solution over the whole composition range. However, it was difficult to draw definite conclusions on the miscibility in the EEE-rich mixtures, since they did not crystallize in the most stable polymorph during

slow cooling. Regarding the PPP-SSS mixture, the b-polymorph yields a typical eutectic phase diagram with some mixing in the regions close to the pure components. The b-polymorph of the diluted mixtures, formed in the DSC by the re-crystallization of a less stable polymorph, was in the state of solid solutions. On the other hand, the b-polymorph of SSS-rich mixtures, obtained by slow cooling in the adiabatic calorimeter, showed limited miscibility of the components. Apparently, the miscibility of the components is enhanced when the b-polymorph is formed by the re-crystallization. These results demonstrate the impact of the kinetics on the mixing properties of the b-polymorph.

Finally, the solid states of the mentioned TAG mixtures, formed during fast cooling of the melts in the DSC, were discussed. The results show a remarkable difference between the samples containing the unsaturated EEE component and the PPP-SSS mixture. In the latter sample, the a-polymorph was easily obtained for high cooling rates, whereas for the mixtures containing EEE only part of the sample crystallized in the a-form. An explanation of this behaviour could be that the mixing in the a-polymorph is not ideal for the EEE containing samples, due to the significant structural differences in the molecular shapes of the saturated and the unsaturated TAG component.

AANKONDIGING CONGRESSEN EN SYMPOSIA

NVKG Jaarvergadering,

16 November 2007, Avantium, Amsterdam

Zie de aankondiging in deze FACET en de NVKG website....

NVKG Kristalgroei Symposium,

23 mei 2008, Universiteit Twente, organisator: R. van Gastel

Nadere details volgen in de volgende FACET.....

ISIC-2008,

14-17 september 2008, Maastricht

Zie de ISIC-17 website voor verdere details.....