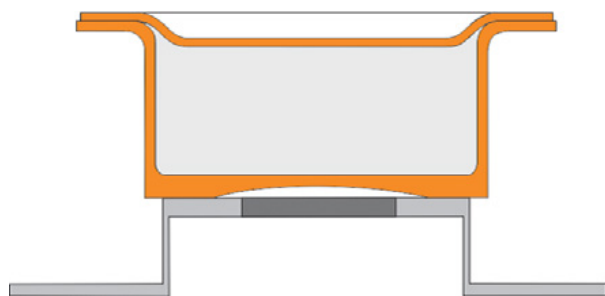


Das Beste wählen: *Concavus*[®]-Tiegel für DSC-Messungen

Claire Strasser und Dr. Stefan Schmörlzer



1 Schema des *Concavus*[®]-Tiegels auf einem flachen Sensor. Zur besseren Illustration ist die Konkavität des Tiegels übertrieben dargestellt (in Wirklichkeit beträgt diese 10 bis 20 µm).

Einleitung

Allgemein geht man davon aus, dass DSC-Messungen einen flachen Tiegelboden voraussetzen, um einen idealen Kontakt von Probe, Tiegel und Sensor zu garantieren. Jedoch können aufgrund des Herstellungsprozesses keine vollkommen flachen Tiegelböden existieren. Sie sind immer leicht gekrümmt – entweder nach außen oder nach innen. Aus diesem Grund sind Standard-Aluminiumtiegel weder vollkommen flach noch reproduzierbar in ihrer Form, was durchaus einen Einfluss auf die Reproduzierbarkeit von DSC-Messungen haben kann.

Um eine bessere Reproduzierbarkeit des Tiegelbodens und somit eine höhere Reproduzierbarkeit der

DSC-Ergebnisse zu erhalten, werden *Concavus*[®]-Tiegel im Gegensatz zu herkömmlichen Aluminiumtiegeln bewusst mit einem leicht konkaven Boden hergestellt (Abbildung 1).

Im Folgenden wurden Messungen an Proben in *Concavus*[®]-Tiegeln mit Messungen an Proben in Standard-Aluminiumtiegeln verglichen.

Messbedingungen

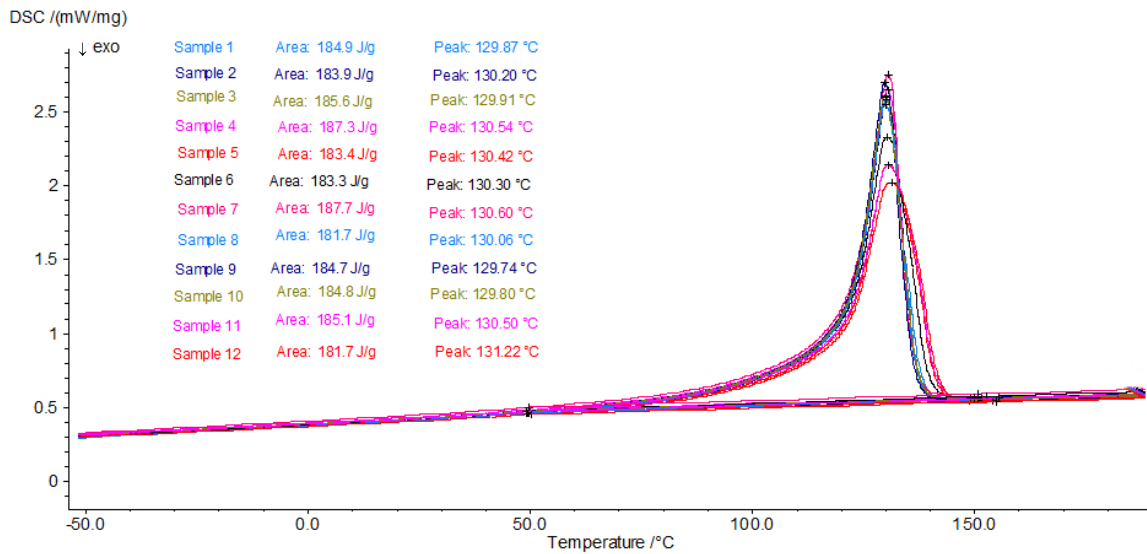
Es wurden 24 Proben aus ein und demselben HDPE-Rohr präpariert. Die eine Hälfte der runden Probenkörper (Durchmesser 4 mm; Masse 12,0 mg) wurde in Standard-Aluminiumtiegel und die andere in *Concavus*[®]-Tiegel platziert und mit der DSC 214 *Polyma* gemessen.

Die Proben wurden zwei Mal zwischen -60 °C und 190 °C mit einer Aufheizrate von 10 K/min aufgeheizt. Zwischen beiden Aufheizungen wurden sie mit 10 K/min abgekühlt. Die 2. Aufheizung jeder Messung wurde mittels *AutoEvaluation* analysiert, um die Objektivität der Peaktemperatur und der Enthalpieergebnisse zu wahren.

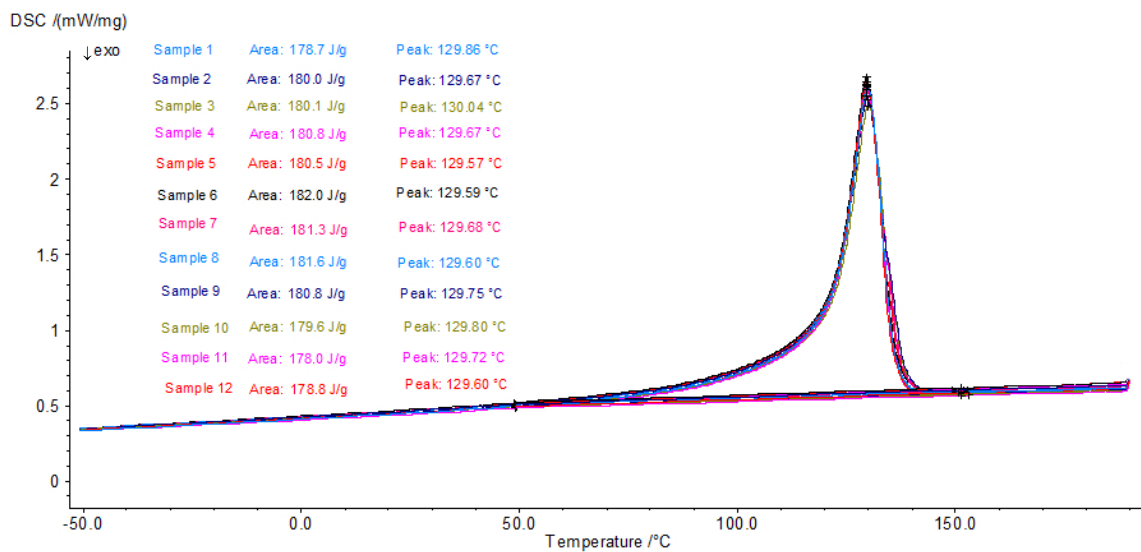
Messergebnisse

Die 2. Aufheizungen aller mit den Standard-Aluminiumtiegeln durchgeführten Messungen sind in Abbildung 2 dargestellt; die entsprechenden Messungen mit den *Concavus*[®]-Tiegeln in Abbildung 3.

APPLICATIONNOTE Das Beste wählen: *Concavus*[®]-Tiegel für DSC-Messungen



2 HDPE-Messungen in Standard-Aluminiumtiegeln mit gelochtem Deckel



3 HDPE-Messungen in *Concavus*[®]-Tiegeln mit gelochtem Deckel

In allen Messungen wurde ein endothermer Peak bei ca. 130 °C detektiert, der auf das Schmelzen von HDPE zurückzuführen ist. Die Überlegenheit der *Concavus*[®]-Tiegel geht hier eindeutig hervor: alle Peaks der mit den *Concavus*[®]-Tiegeln durchgeführten Messungen weisen einen nahezu identischen Kurvenverlauf auf, während

einige Messkurven mit den Standardtiegeln Ausreißer zeigen.

Die Peaktemperaturen und Enthalpien aller Messungen sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

APPLICATIONNOTE Das Beste wählen: *Concavus*[®]-Tiegel für DSC-Messungen

Tab. 1 Temperaturen und Enthalpien der Schmelzpeaks

Messung	<i>Concavus</i> [®] -Tiegel		Standard -Aluminium-Tiegel	
	Temperatur [°C]	Enthalpie [J/g]	Temperatur [°C]	Enthalpie [J/g]
1	129,86	178,74	129,87	184,95
2	129,67	179,97	130,20	183,88
3	130,04	180,06	129,91	185,62
4	129,67	180,81	130,54	187,35
5	129,57	180,54	130,42	183,39
6	129,59	182,00	130,30	183,32
7	129,68	181,27	130,60	187,72
8	129,60	181,62	130,06	181,67
9	129,75	180,75	129,74	184,72
10	129,80	179,61	129,80	184,81
11	129,72	177,96	130,50	185,11
12	129,60	178,84	131,22	181,74
Durchschnitt	129,71 ±0,13 ¹	180,18 ±1,18 ¹	130,26 ±0,41 ¹	184,52 ±1,80 ¹
Relative Standard-abweichung	0,10	0,65	0,31	0,98

¹Berechnung der Messunsicherheit, Standardabweichung

Zusammenfassung

Entsprechend der relativen Standardabweichung von Peakenthalpie und Temperatur zeigen die *Concavus*[®]-Tiegel im Vergleich mit den Standard-Aluminiumtiegel eine bessere Reproduzierbarkeit der Enthalpie von 34 % und eine bessere Reproduzierbarkeit der Peaktemperatur von 68 % auf.

Die Ergebnisse belegen die Überlegenheit der *Concavus*[®]-Tiegel bezüglich der Reproduzierbarkeit. Der Einsatz von *Concavus*[®]-Tiegeln berührt die Probenvorbereitung und Tiegelanwendung im Gerät nicht.