

Область применения

Данные методы используют для изучения исследования полиморфизма, а также для изучения фазовых переходов. Кроме того, дифференциальная сканирующая калориметрия может применяться для определения содержания примесей в веществе по одной термограмме.

Оборудование

Для ДТА используют прибор, измеряющий тепловой поток. Прибор обеспечивает постоянную скорость нагревания образцов и определяет температурный дифференциал, как различие тепловых потоков исследуемого и стандартного образцов. Он состоит из печи, в которой находится одна ячейка для исследуемого образца и для образца сравнения. В приборе для ДСК используется печь с двумя отдельными ячейками для исследуемого образца и образца сравнения. В этом приборе с помощью компенсации энергии. Оба прибора также состоят из следующих узлов: программируемая система нагревания образцов, тепловой детектор, система регистрации данных. Камера прибора снабжена контролируемой атмосферой. Оба прибора необходимо откалибровать по температуре и изменению энтальпии. В качестве стандарта для калибровки используется материал, указанный в инструкции изготовителя (часто используют индий высокой степени очистки).

Методика

Условия проведения анализа указывают в фармакопейной статье. Взвешивают соответствующее количество исследуемого вещества в тигле, помещают в держатель. Параметры нагрева (начальная и конечная температуры, скорость нагревания) устанавливают согласно указаниям в фармакопейной статье. Начинают анализ и регистрируют дифференциальную термическую кривую (рис.1) зависимости энергии от температуры или времени, попутно определяя эндотермичность или экзотермичность изменения. Температура начала соответствует пересечению базовой линии с касательной в точке перегиба кривой. Концом теплового явления считается