

PO1

Temperaturmodulierte DSC (MDSC™) mit Tzero™ Technik Einfachere Parameterwahl, schnellere Heizraten und höhere Sicherheit der analytischen Daten

Wolfgang Kunze, Jacques Loubens, Monika Schennen,
Waters GmbH, UB TA Instruments

Das neue dynamische Differenzkalorimeter (DDK, engl. DSC) mit T_{zero}™-Technik bietet dem Anwender eine extrem flache Basislinie mit hoher Reproduzierbarkeit, eine verbesserte Auflösung von kurz aufeinander folgenden thermischen Ereignissen, minimales Einschwingverhalten auf stationäre Bedingungen, gekoppelt mit schnellen Kühlraten. Bei der temperaturmodulierten Messung (MDSC™) steht ein breiterer Frequenzbereich mit deutlich höheren Heizraten zur Verfügung.

Die T_{zero}™-Technik basiert im wesentlichen auf zwei Neuerungen:

- Neu entwickelter Wärmestromsensor
- Methode zur Bestimmung der apparativen Asymmetrie

Dieses Kalorimeter mit T_{zero}™-Technik findet auch als temperaturmoduliertes DSC (MDSC™) seine Anwendung. Bei einer temperaturmodulierten Messung wird auf die lineare Heizrate eine sinusförmige Temperaturschwingung aufgelegt. Diese Technik erzielt mit Hilfe der diskreten Fourier-Transformation die Trennung des konventionellen Summensignals in einen thermodynamischen und einen kinetischen Anteil. Die MDSC™ erlaubt aufgrund der Signaltrennung eine tiefere Interpretation komplexer Wärmekurven mit verbesserter Messempfindlichkeit bei schwachen Übergängen.

Das neue Tzero Zeldesign ermöglicht im Vergleich zu älteren Geräten die Messung mit höheren Frequenzen bzw. kürzeren Perioden, sowie größeren unterlegten Heizraten. Die Frequenzabhängigkeit von Wärmekapazitätsmessungen mit der temperaturmodulierten DSC (MDSC™) ist deutlich verringert worden. Die thermische Entkopplung von Proben- und Referenzseite beseitigt einige grundlegende Probleme der Temperaturmodulation, die bis heute zu Einschränkungen in der MDSC-Technik führten.

An ausgesuchten Beispielen aus den Bereichen Pharmazie, Lebensmittel und Polymere wird die Leistungsfähigkeit der MDSC™ mit T_{zero}-Technik gezeigt.