

Pureté DSC

Vous pouvez appliquer cette détermination du degré de pureté dans l'industrie chimique ou pharmaceutique, aux additifs de l'industrie

alimentaire et des matières plastiques. La teneur d'un échantillon en composant principal intéresse autant la recherche et le développement que le laboratoire de contrôle qualité. Mais l'analyse du degré de pureté permet également de vérifier l'identité d'un produit, ce qui se fait essentiellement par la biais de la température de fusion et de la chaleur de fusion.

L'analyse du degré de pureté DSC repose sur la loi de Van't Hoff de dépression du point de fusion des systèmes eutectiques. Pour ces substances on peut déterminer des puretés comprises entre 90 et 100 mol %; la précision du résultat atteignant typiquement 10 % du taux d'impureté.

Par rapport à la détermination classique du point de fusion, qui nécessite toujours une mesure sur la substance pure, l'analyse du degré de pureté par DSC a l'avantage de ne nécessiter qu'une seule mesure DSC. La possibilité de chauffer très rapidement les échantillons (jusqu'à 10 °C/min) permet de séparer les effets de décomposition des effets de fusion (ASTM E928 impose cependant une vitesse de chauffe maximale de 0.7 °C/min!).

Théorie

L'analyse normale du degré de pureté repose sur la loi de Van't Hoff simplifiée qui s'écrit:

$$T_{\text{fus}} = T_0 - \frac{x_{2,0} \cdot R \cdot T_0^2 \cdot m}{M} \cdot \frac{1}{(A_{\text{part}} + c)}$$

Elle permet également d'exploiter les pics de fusion partielle qui prennent toute leur importance lorsque la décomposition de l'échantillon commence dès la fusion.

La loi de Van't Hoff complète (menu: Pureté Plus) est surtout recommandée pour des teneurs en impureté plus élevées (> 5 mol %):

$$T_{\text{fus}} = T_0 + \frac{R \cdot T_{\text{fus}} \cdot T_0}{\Delta H_{\text{fus}}} \cdot \ln \left(1 - x_{2,0} \cdot \frac{A_{\text{tot}} + c}{A_{\text{part}} + c} \right)$$

T_{fus}	température de l'échantillon pendant la fusion
T_0	point de fusion de la substance pure (= T Fusion Pure)
$x_{2,0}$	fraction molaire de l'échantillon impur
A_{tot}	surface mesurée du pic en mJ
A_{part}	surface partielle mesurée du pic en mJ
m	masse de l'échantillon
M	masse molaire du composant principal (substance pure)
ΔH_{fus}	enthalpie de fusion de la substance pure en J/mol
c	correction de linéarisation en mJ
R	constante des gaz parfaits, 8,314 J/molK
F	fraction liquide = $(A_{\text{part}} + c) / (A_{\text{tot}} + c)$

Le tracé 1/F permet l'évaluation visuelle des valeurs brutes et de la fonction linéarisée.

Modification des valeurs standard (option)

Pureté Pureté Plus

calcul de degré de pureté d'un échantillon

Tracé 1/F

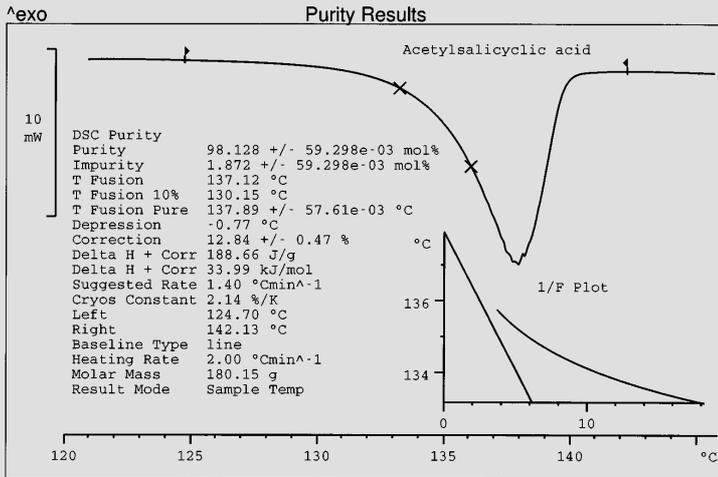
température de fusion en fonction de la fraction fondue

Bloc de résultats

calcul des résultats numériques



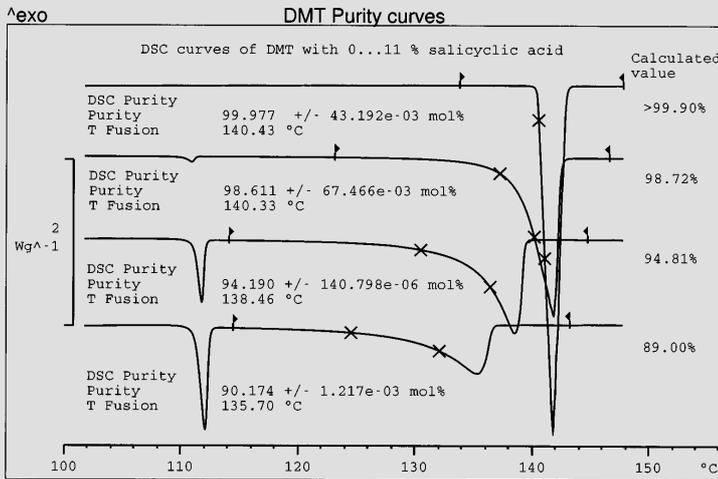
Exemple d'application



Analyse de la pureté de l'acide acétylsalicylique

L'exemple de l'acide acétylsalicylique montre qu'en plus de la pureté et de la température de fusion cette option de logiciel permet de calculer au choix les résultats suivants:

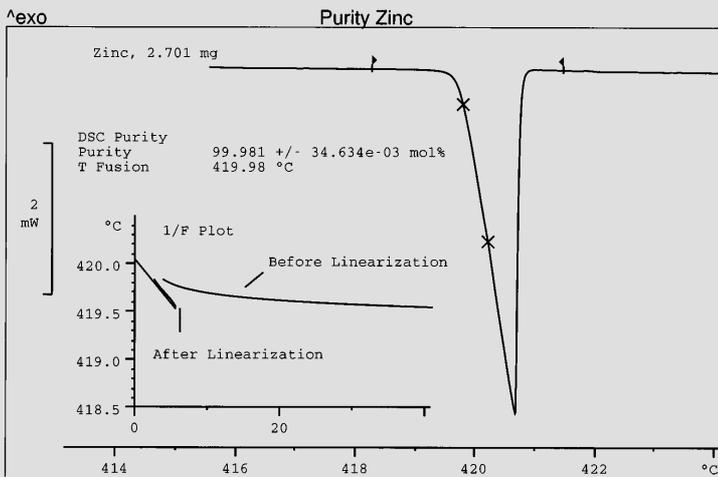
- T Fusion 10% température de fusion pour 10% de fraction fondue (début de fusion)
- Depression abaissement du point de fusion ($T_o - T_{fus}$)
- Correction correction de linéarisation en % de A_{tot}
- Delta H + Corr chaleur de fusion corrigée en J/g et kJ/mol
- Suggested Rate vitesse de chauffe proposée; déterminée à partir de la forme du pic
- Cryos Constant constante cryoscopique en % par K d'abaissement du point de fusion



Détermination de la pureté du diméthyltéréphthalate

L'exemple ci-contre montre l'analyse du degré de pureté de divers échantillons plus ou moins impurs de diméthyltéréphthalate (DMT). L'impureté élargit le pic et abaisse la température du pic.

Le DMT pur est pesé dans un creuset en aluminium et mélangé à des quantités croissantes (0 à 11 mol%) d'acide salicylique (impureté). Les creusets sont fermés hermétiquement et mesurés avec une vitesse de chauffe de 2 K/min. Les mesures sont ensuite exploitées par «Pureté plus». Les résultats montrent que, même avec des degrés d'impureté élevés, une bonne concordance est obtenue entre la valeur calculée à partir de la pesée (calculated value) et la pureté mesurée.



Analyse de pureté d'un métal

L'exemple du zinc montre l'analyse de degré de pureté d'un métal, fondu à une vitesse de chauffe de 0,5 °C/min. Le bloc de résultats, qui peut être librement choisi, contient toutes les informations voulues. La pureté calculée selon la loi de Van't Hoff simplifiée est de 99,98 % et concorde bien avec l'indication du fabricant qui est de 99,9 %.

Le tracé 1/F montre la température de fusion T_{fus} en fonction de la fraction fondue réciproque 1/F ainsi que la linéarisation nécessaire.