

示差走査熱量分析装置(DSC)による純度決定

1. 概要

純度の高い物質の融解現象を示差走査熱量分析装置(DSC)にて測定すると、その純度によりピーク形状に大きな違いが見られます。

純度が低下するほどピークはブロードになり、ピークトップ温度も低下します。この傾向は不純物の混入により融点降下が起こることに対応しており、下のファント・ホッフの式を基にDSCでの融解ピークから純度を測定することができます。

ただし、不純物が純物質の液相のみに溶解し、固相に溶けない系にて成立し、また不純物の融解が純物質と同じ温度域で起こる試料には不適です。

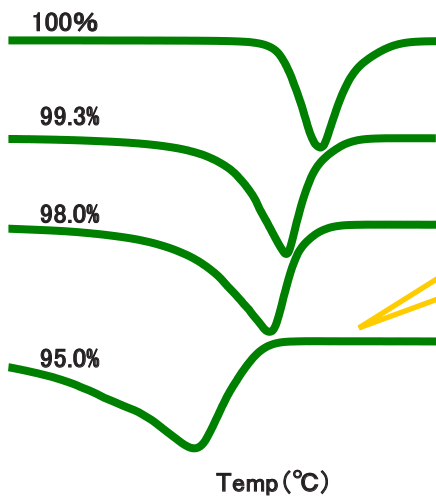
ファント・ホッフの式

$$X = \frac{T_0 - T_m}{RT_0^2} \cdot \Delta H_f \quad \dots (1)$$

$$T_s = T_0 - (T_0 - T_m) \cdot \frac{1}{F} \quad \dots (2)$$

- X : 不純物のモル濃度
- T₀ : 純物質の融解温度[K]
- T_m : 試料の融解温度[K]
- R : 気体定数[J/K・mol]
- Δ H_f : 融解熱量[J/mol]
- T_s : 試料温度[K]
- F : 融解分率

2. DSCによる分析結果



95.0%はピークがブロードなので融解開始が不明確

DSCの測定範囲は98.0%以上が適しています

Matrix: Phenacetin
 Impurity: *p*-aminobenzoic acid
 試料量: 約3mg
 昇温速度: 2.0°C/min

純度 (%)	純物質濃度 保証範囲 (%)	計算結果 (%)
100.0	99.9 ± 0.2	99.9
99.3	99.2 ± 0.2	99.3
98.0	98.0 ± 0.2	98.0
95.0	94.9 ± 0.5	96.8