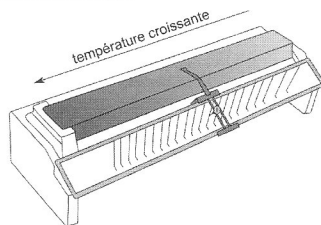

Fiche méthode : Prise d'un point de fusion

1) Principe

La prise du point de fusion d'un solide au banc Kofler est rapide et simple à mettre en œuvre, c'est pourquoi cette mesure est un critère de pureté très répandu au laboratoire. En effet, un produit pur présente un point de fusion bien net : la transition solide-liquide a lieu sur un intervalle de moins de un degré. En revanche, un produit impur présente une transition moins nette, à une température toujours différente (en général inférieure) de la température de fusion du produit pur.

Le banc Kofler est une plaque métallique chauffée à l'une de ses extrémités à environ 260°C. L'autre extrémité n'est pas chauffée, il s'établit donc un gradient de température le long de la plaque.

Le banc Kofler doit être allumé 30 à 45 minutes avant d'effectuer des mesures, afin de permettre l'établissement du gradient de température le long de la plaque. Afin d'assurer la stabilité du gradient de température, il est recommandé de placer le banc à l'abri des courants d'air. Dans ces conditions, la précision de la mesure est de l'ordre de un degré.



Précautions d'utilisation :

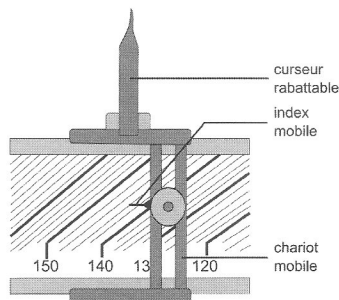
- Le banc Kofler doit être manipulé **sans gants** : un contact, même furtif, des gants en latex avec la partie chaude de la plaque peut les faire fondre sur la peau et provoquer des brûlures importantes.
- Le banc doit être placé loin des solvants volatils et inflammables.

2) Mode opératoire

a. Etalonnage

Il faut tout d'abord étalonner le banc avec un solide étalon très pur dont la température de fusion est très précisément connue. Lorsqu'on connaît approximativement le point de fusion du solide qu'on souhaite étudier, on choisit comme solide étalon le solide qui a la température de fusion la plus proche de celle du solide étudié.

- Déposer une pointe de spatule de solide étalon dans une zone de température inférieure d'environ 10 °C à sa température de fusion.
- Déplacer le solide très doucement avec la spatule vers la zone plus chaude. Il faut que le déplacement du solide soit assez lent pour laisser à l'équilibre thermique entre le solide et la plaque le temps de s'établir.
- Repérer la température de fusion à l'apparition de la première goutte de liquide : déplacer horizontalement le chariot jusqu'à ce que le curseur soit exactement à la frontière entre solide et liquide. Régler la position de l'index mobile pour la faire correspondre à la valeur de la température de fusion est alors indiquée par l'index mobile.

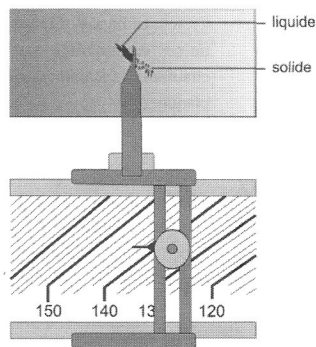


b. Nettoyage de la plaque

- Déplacer le liquide et le résidu solide vers la zone froide du banc puis vers l'extérieur du banc avec un coton sec.
- Nettoyer la surface parcourue lors de la mesure avec un coton imbibé d'une faible quantité d'éthanol.
- Attendre que le banc revienne à l'équilibre thermique.

c. Mesure

- Déposer une pointe de spatule du solide étudié dans une zone de température inférieure d'environ 10 °C à sa température de fusion approximative.
- Déplacer le solide très doucement avec la spatule vers la zone plus chaude.
- Repérer la température de fusion à l'apparition de la première goutte de liquide : déplacer horizontalement le chariot jusqu'à ce que le curseur soit exactement à la frontière entre solide et liquide, la valeur de la température de fusion est alors indiquée par l'index mobile.
- Nettoyer à nouveau la plaque.



Il est conseillé :

- De manipuler les solides étalons avec précaution, d'en utiliser assez peu et de les prélever toujours avec une spatule propre afin d'éviter de les souiller : ce sont des substances très coûteuses car extrêmement pures.
- De déposer les solides loin des bords du banc, c'est-à-dire vers le milieu du banc afin de minimiser les variations de température.
- De ne pas déplacer le résidu vers la zone chaude au cours du nettoyage de la plaque, afin d'éviter de vaporiser les solides (les vapeurs peuvent être toxiques) et de carboniser les solides ce qui laisse des traces indélébiles sur la plaque.

Cas particuliers :

- *On observe la disparition du solide sans avoir observé de gouttes de liquide : c'est une sublimation.*
- *Le solide dégage de la fumée : il se décompose thermiquement avant d'avoir atteint son point de fusion.*
- *Le solide fond, puis se solidifie à nouveau, il refond à une température plus élevée : le solide n'était pas complètement sec, il restait du solvant, le second point de fusion est le bon.*