



# BANC KOFLER

# Table des matières

<b>Introduction</b> .....	<b>3</b>
 <b>Principe</b> .....	<b>4</b>
<b>Chapitre I. Description</b> .....	<b>5</b>
A. Consignes.....	5
B. Description du Banc Kofler.....	6
<b>Chapitre II. Utilisation</b> .....	<b>7</b>
 <b>Préparation</b> .....	<b>7</b>
<b>Partie A. Etalonnage</b> .....	<b>7</b>
1. Etalonnage d'un produit commercial pur.....	7
2. Etalonnage à l'aide de deux échantillons de référence.....	7
<b>Partie B. Technique de manipulation</b> .....	<b>9</b>
1. Le dépôt.....	9
2. La lecture.....	9
3. Le nettoyage.....	9
<b>Partie C. Mesure</b> .....	

# Introduction



▲ IMG. 1

# Principe

## **Fondamentaux**

Le banc Kofler est un appareil constitué d'une plaque métallique chauffée électriquement de manière à produire un gradient de température. Le dépôt de cristaux d'un produit sur celle-ci, nous permet de connaître la température de fusion en visualisant la zone où ils fondent. De par son fonctionnement, cet appareil nécessite un étalonnage qui peut être effectué de deux manières différentes.

# Description

## A. Consignes

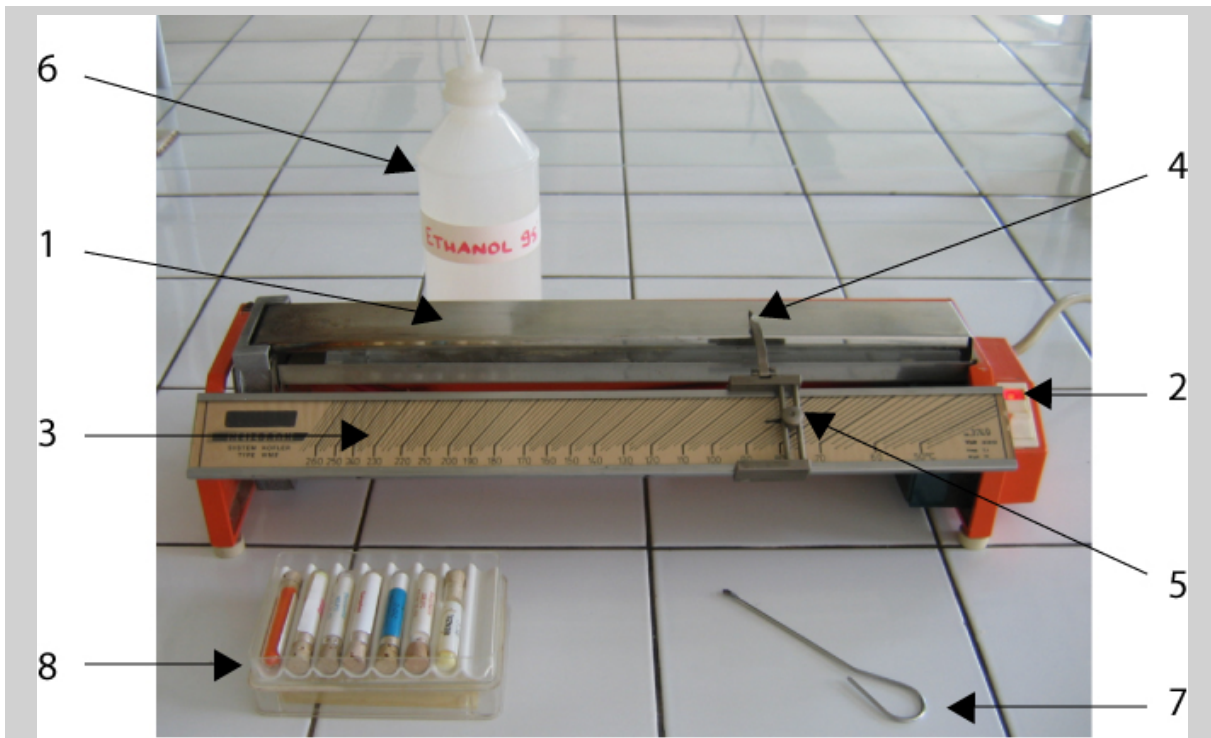


**Attention**

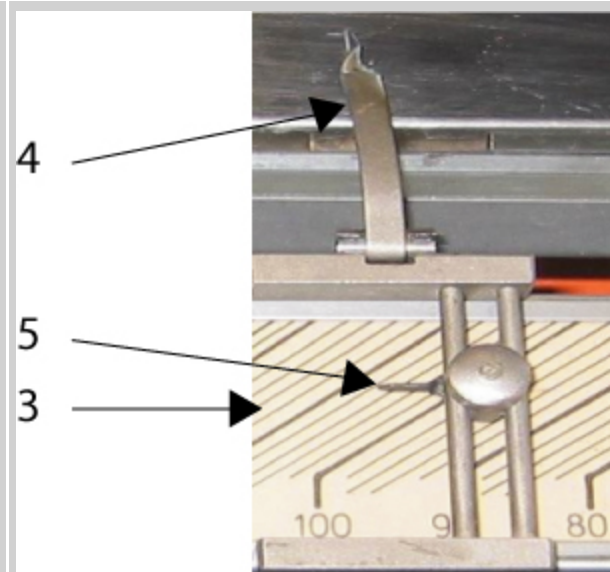
Placer le banc Kofler dans un endroit à l'abri des mouvements d'air pour atteindre une stabilité thermique et éviter des écarts de température.

Par sécurité, ne jamais porter de gants et ne pas le placer près de solvants inflammables.

## B. Description du Banc Kofler



1. Plaque métallique chauffée électriquement
2. Interrupteur marche/arrêt
3. Règle des températures de 50 °C à 250 °C
4. Curseur
5. Index mobile indiquant la température
6. Pissette d'alcool à 95° pour l'entretien
7. Micro spatule
8. Gamme d'échantillons référence



▲ TAB. 1

# Utilisation

## Préparation



### Conseil

Allumer le banc au moins 2 heures avant la mesure pour atteindre la stabilité thermique.

Le produit cristallisé doit être bien sec. Il peut être éventuellement séché à l'étuve.

## Partie A. Etalonnage

La réponse de la plaque métallique au chauffage électrique n'étant pas toujours identique, il faut étalonner le banc Kofler avant son utilisation.

Pour l'étalonnage on peut procéder de deux manières :

- ◆ Si on possède un « échantillon de référence » de température de fusion connue du produit synthétisé, alors on étalonne à l'aide du produit commercial pur.
- ◆ Si on ne possède pas d'échantillon de référence du produit synthétisé, alors on étalonne avec deux échantillons de référence dont les points de fusion encadrent celui du produit cristallisé.

### 1. Etalonnage d'un produit commercial pur



Suivre le paragraphe *technique de manipulation* en tenant compte des remarques suivantes :

- ◆ Le dépôt de quelques cristaux de l'échantillon référence se fait à une température inférieure d'environ 10 °C de la température de fusion théorique.
- ◆ Après avoir abaissé le curseur, sur la règle, placer avec précision la pointe de l'index sur la température théorique de fusion de l'échantillon.
- ◆ Le banc Kofler est étalonné. Ne plus toucher l'index.
- ◆ Procéder au nettoyage.

### 2. Etalonnage à l'aide de deux échantillons de référence

Afin de choisir les deux échantillons de référence, la première étape consiste à estimer la température de fusion du produit synthétisé. La seconde étape correspond à l'étalonnage en deux points.

## 2.1. Estimation d'un encadrement de la température de fusion du produit cristallisé

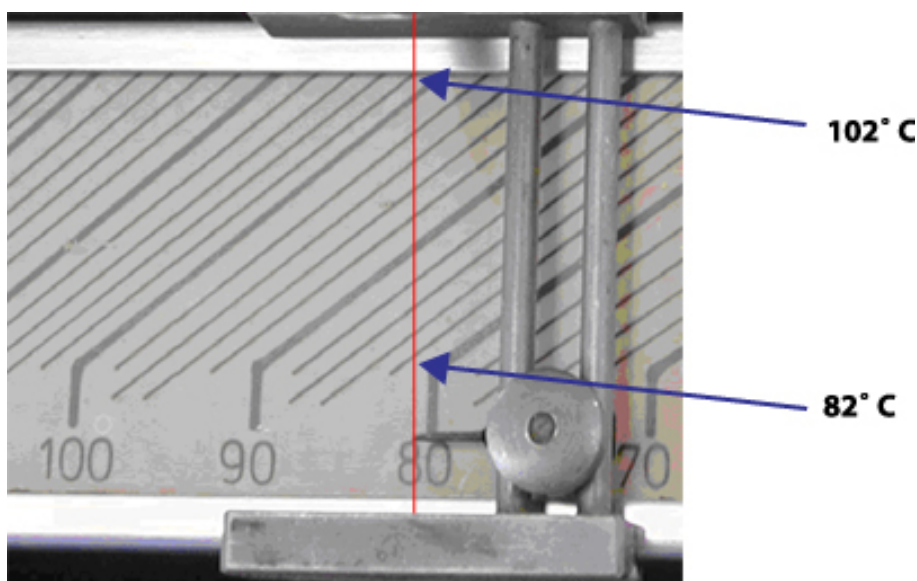


### Démarche

Suivre le paragraphe *technique de manipulation* en tenant compte des remarques suivantes :

- ◆ Placer l'index sur le bas du chariot en début de manipulation.
- ◆ Déposer quelques cristaux du produit cristallisé sur la partie la plus froide (à droite de la plaque) et procéder au déplacement des cristaux.
- ◆ Après avoir abaissé le curseur, l'index donne un encadrement de la température de fusion :
  - Sur le bas de la règle, l'index indiquera la température inférieure.
  - En déplaçant l'index sur la partie la plus haute de la règle, il indiquera la température supérieure de l'encadrement.

Sur l'exemple ci-dessous, l'encadrement lu est : 82 °C à 102 °C.



▲ IMG. 4

Procéder au nettoyage.

## 2.2. Choix des échantillons de référence

Choisir deux échantillons référence dont les températures de fusion encadrent celle du produit cristallisé.

Liste de quelques échantillons référence pouvant être mis à votre disposition :

Azobenzole	68,0°C
Benzile	95,0°C
Acétanilide	114,5°C
Phénacétine	134,5°C
Benzanilide	163,0°C
Salophene	191,0°C
Saccharine	228,0°C

▲ TAB. 2 : QUELQUES ÉCHANTILLONS DE RÉFÉRENCE



### 2.3. Etalonnage de deux points



#### Démarche

Suivre le paragraphe *technique de manipulation* en tenant compte des remarques suivantes :

- ◆ Déposer quelques cristaux du 1<sup>er</sup> échantillon référence à une température inférieure d'environ 10 °C de la température de fusion théorique.
- ◆ Après avoir abaissé le curseur, sur la règle, placer avec précision la pointe de l'index sur la température théorique de fusion du 1<sup>er</sup> échantillon.
- ◆ Nettoyer la plaque et recommencer avec le 2<sup>ème</sup> échantillon référence.
- ◆ Pour le 2<sup>ème</sup> échantillon, après le placement du curseur :
  - Si l'index indique correctement la température de fusion théorique, le banc Kofler est étalonné.
  - Si l'index n'indique pas la bonne température, faire le réglage de l'index sur la température de fusion théorique et recommencer avec le 1<sup>er</sup> échantillon. Ainsi de suite jusqu'à obtention des températures de fusion théoriques avec l'index sur les 2 échantillons.
- ◆ Le banc Kofler est étalonné. Ne plus toucher l'index.
- ◆ Procéder au nettoyage.

## Partie B. Technique de manipulation

### 1. Le dépôt



Sur la plaque métallique propre :

- ◆ Déposer quelques cristaux sur la droite de la plaque.
- ◆ Déplacer, à l'aide de la micro spatule, les cristaux vers les températures les plus élevées, vers la gauche.
- ◆ Arrêter à l'endroit où une séparation apparaît avec d'un coté, quelques gouttes de liquide et de l'autre un peu de cristaux non fondus.

### 2. La lecture



#### Démarche

- ◆ Déplacer le chariot de façon à amener le curseur au-dessus de cette séparation.
- ◆ Abaisser le curseur sur cette démarcation.
- ◆ La lecture du point de fusion se fait à l'aide de la pointe de l'index mobile sur la règle.

### 3. Le nettoyage



#### Démarche

Retirer les cristaux à l'aide d'un coton ou d'un papier essuie-tout en les déplaçant vers la partie la plus chaude.



#### Attention

Ne pas se placer au-dessus du banc pour ne pas respirer les vapeurs du produit.



#### Démarche

Nettoyer la plaque à l'aide d'un coton ou d'un papier essuie-tout imprégné d'un peu d'alcool en le déplaçant de la partie la plus froide vers la partie la plus chaude.

## Partie C. Mesure



### Démarche

- ◆ Déterminer le point de fusion du produit cristallisé en utilisant les différentes phases décrites dans le paragraphe *technique de manipulation*. L'index mobile nous indique la température de fusion du produit synthétisé.
- ◆ A la démarcation, abaisser le curseur et noter la température de fusion sur la règle avec l'index.



### Remarque

Un produit solide présente quand il est pur, un point de fusion bien défini qui permet de le caractériser.

Par contre, la présence d'impuretés entraîne l'abaissement du point de fusion.

Une substance pure cristallisée doit avoir un point de fusion étroit (l'écart de température entre le début et la fin de la fusion ne doit pas excéder 1 à 2°C) alors que les substances impures fondent, souvent, sur un intervalle de plusieurs degrés.

Les déterminations de point de fusion permettent donc de contrôler la pureté et/ou d'identifier un produit.

Il existe d'autres méthodes que le banc Kofler (cette méthode est de précision faible : 1°C) :

- ◆ Le tube de Thiène
- ◆ Le microscope à point de fusion

Dans le cas de produit impur, on pourra procéder à une recristallisation.