utilisation du banc kofler pour mesurer une température fusion

publié le 21.03.05 |par hagop demirdjian

la prise du point de fusion d'un solide au banc kofler, c'est à dire la mesure de sa température de fusion, 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.

1. introduction

la prise du point de fusion d'un solide au banc kofler, c'est à dire la mesure de sa température de fusion, 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 de la température de fusion du produit pur. ce résultat général est prévu par la thermodynamique[1].

2. présentation du banc kofler

le banc kofler[2] est une plaque constituée d'un alliage métallique recouvert d'un acier anticorrosion. l'alimentation électrique permet le chauffage d'une des 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.

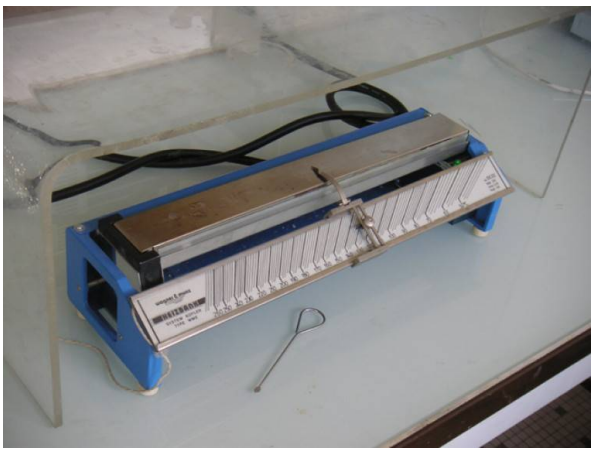


figure 1 - banc kofler

auteur(s)/autrice(s) : hagop demirdjian

3. installation et mise sous tension du banc kofler.

le banc kofler est avant tout une plaque chauffante, il est donc impératif de respecter les précautions suivantes :

- **il doit être manipulé sans gants. en effet, 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.**
- **il doit être placé loin des solvants volatils et inflammables.**

de plus, pour assurer la stabilité du gradient de température, il faut le placer à l'abri des courants d'air. loin des fenêtres et des portes en particulier.

le banc kofler doit être allumé 30 à 45 minutes avant la mesure, ceci afin de permettre l'établissement du gradient de température le long de la plaque. ce temps d'équilibration est une caractéristique du banc indiquée dans la notice du constructeur. le voyant vert sert de témoin : son clignotement indique que le banc est équilibré.

4. utilisation du banc kofler : mesure et étalonnage

4.1. mesure

pour effectuer la mesure, on commence par déposer une pointe de spatule de solide sec[3] et finement broyé dans une zone de température inférieure à sa température de fusion. si celle-ci est inconnue, on dépose le solide à l'extrémité froide de la plaque. en revanche, si elle est connue, le dépôt est fait à une température plus basse mais proche afin de gagner du temps. on commence alors à déplacer le solide vers la zone chaude. pour cela on utilise la pointe de la petite spatule fournie avec le banc. 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. on repère la température de fusion à l'apparition de la première goutte de liquide. on la relève en déplaçant horizontalement le chariot jusqu'à ce que le curseur soit à la frontière entre solide et liquide. la température de fusion est alors indiquée par l'index mobile. l'œil est à la verticale de l'index pendant la lecture pour éviter l'erreur de parallaxe[4]. une fois la température de fusion relevée, on nettoie la plaque en deux temps : on déplace d'abord le liquide et le résidu solide vers la zone froide puis vers l'extérieur du banc avec un coton sec. ensuite, on nettoie la surface parcourue lors de la mesure avec un coton imbibé d'une faible quantité d'éthanol. il faut éviter de déplacer le résidu vers la zone chaude pour plusieurs raisons : cela peut carboniser le produit sur la plaque et y laisser des traces indélébiles. cela peut également vaporiser le produit dont les vapeurs peuvent être toxiques. avant d'entreprendre une nouvelle mesure, on prend soin de vérifier que le banc est revenu à l'équilibre thermique.

4.2. étalonnage

afin de tenir compte de variations éventuelles du gradient de température d'une utilisation à l'autre, il est nécessaire d'étalonner le banc avant de procéder à la mesure. on utilise pour cela les solides étalons fournis par le constructeur : une dizaine d'échantillons de solides purs dont la température de fusion est connue précisément. dans le cas le plus général, on n'a aucune idée a priori de la température de fusion du produit étudié, on procède alors en quatre étapes durant lesquelles chaque prise de point de fusion suit la procédure de mesure décrite précédemment.

- on commence par étalonner le banc avec un des étalons (par exemple le benzanilide, qui présente une température de fusion de 163°c, soit vers le milieu du gradient de température). on déplace horizontalement le chariot jusqu'à ce que le curseur soit à la frontière entre solide et liquide. puis on déplace verticalement l'index mobile jusqu'à ce qu'il indique la température de fusion de l'étalon. on ne déplace cet index que lors d'un étalonnage. il reste fixe pendant une mesure.

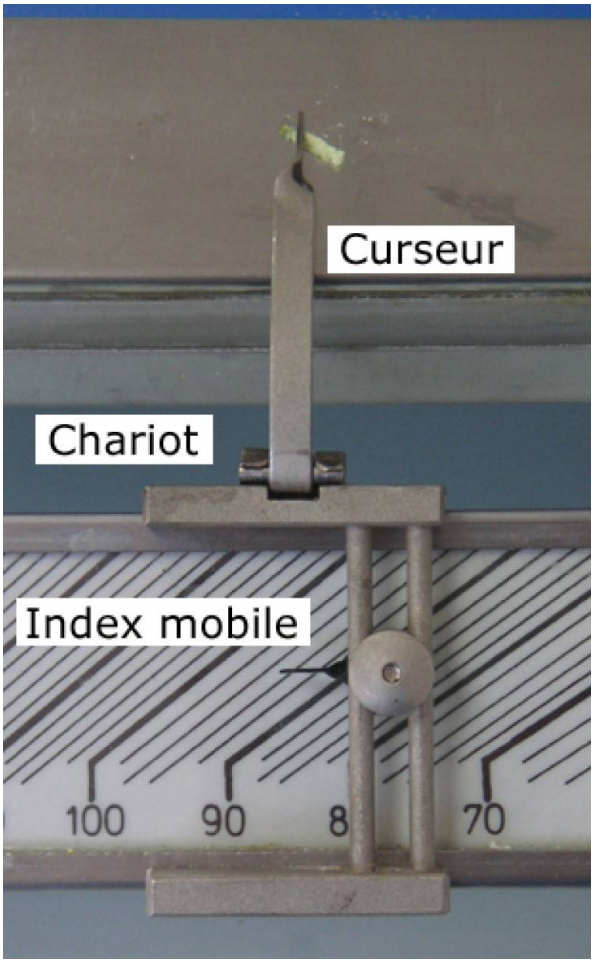


figure 2 - parties mobiles du banc kofler

auteur(s)/autrice(s) : hagop demirdjian

- on prend ensuite un premier point de fusion du produit étudié. cette température étant inconnue, on dépose le solide à l'extrémité froide du banc d'où on l'amène vers la zone chaude. cette mesure est imprécise car l'étalonnage est pour l'instant imparfait, mais elle nous permet d'avoir l'ordre de grandeur de la température de fusion, θ_f[5].
- on procède alors à un deuxième étalonnage, spécifique au produit étudié. on utilise cette fois le solide étalon dont la température de fusion est la plus proche de θ_f. le banc est maintenant étalonné le plus finement possible autour de θ_f.

- **on peut maintenant mesurer précisément θ_f. puisque l'on connaît l'ordre de grandeur de θ_f, on peut gagner du temps en déposant le solide étudié à une température proche de θ_f tout en restant inférieure.**

dans les cas particuliers suivants, la procédure est simplifiée :

- **si on effectue une série de mesures de température de fusion *a priori* inconnues, l'étape d'étalonnage « grossier », l'étape 1, ne s'impose qu'à la première mesure de la série.**
- **si la température de fusion du produit pur est connue, on peut commencer directement à l'étape d'étalonnage spécifique au produit étudié, l'étape 3.**

au sein de chaque série de mesures, on essaiera de déposer les différents solides à la même hauteur sur la plaque, préférablement au milieu, pour éviter que les éventuelles variations de la température suivant la coordonnée verticale ne perturbent la mesure.

5. précision des mesures

la précision de la mesure est de l'ordre de un degré. la prise d'un point de fusion au banc kofler est rapide et permet d'avoir une première idée du degré de pureté d'un solide. un écart de plusieurs degrés par rapport à la température de fusion du produit pur montre qu'il faut envisager une étape de purification, par recristallisation par exemple. pour déterminer exactement la composition du solide étudié, il faut recourir à l'analyse élémentaire, une technique spectrométrique beaucoup plus complexe et coûteuse. elle permet de déterminer quels sont les éléments présents dans l'échantillon analysé ainsi que leurs proportions avec une grande précision (au centième de pour cent près).



utilisation du banc kofler

6. annexe : les solides étalons

quelques solides, de pureté garantie, sont livrés par le constructeur. les plus répandus sont donnés dans le tableau suivant. on voit que les températures de fusion couvrent la gamme de températures accessibles au banc.

températures de fusion de quelques solides étalons courants

produit	θ_f (°c)
azobenzène	68
benzyl	95
acetanilide	114,5
phenacetine	134,5
benzanilide	163
salicylate de p-acetamidophényle	191
saccharine	228

CRÉDITS

AUTEUR(S)/AUTRICE(S) ET MISE EN LIGNE

hagop demirdjian

docteur en chimie théorique, ancien élève de l'école normale supérieure lyon, responsable éditorial du site culturesciences-chimie de 2004 à 2008.

notes

1. l'étude détaillée des diagrammes binaires solide-liquide pour le système produit-impureté permet de savoir si la température de fusion du solide impur est supérieure ou inférieure à celle du solide pur. dans le cas particulier d'une impureté non-miscible au produit, la loi de cryométrie de raoult s'applique. elle stipule que la présence de l'impureté dans le solide provoque un abaissement de sa température de fusion proportionnel à la quantité d'impureté. cela se traduit par la relation suivante où t* est la température absolue de fusion du produit pur, t la température absolue de fusion du solide contenant une quantité ni d'impureté, m la masse molaire du produit et k une constante intrinsèque au produit : sa constante cryométrique. t*-t = k ni/m

2. ludwig kofler a inventé cet appareil qui porte son nom au département de pharmacognosie (science des drogues préparées à partir de sources naturelles, incluant des préparations issues de plantes, d'organismes, de minéraux, etc.) de l'université leopold-franzens d'innsbruck, autriche, dans les années 20.

3. si le solide est humide, on doit préalablement le sécher à l'étuve.

4. la parallaxe est le changement apparent de direction d'un objet provoqué par le déplacement de l'observateur. l'erreur de parallaxe est l'erreur commise en lisant obliquement une graduation.

5. dans cet article, on a choisi la convention de notation suivante : les températures absolues (en kelvin) sont notées t et les températures exprimées dans l'échelle celsius sont notées θ.