

F08_Détermination d'une température de fusion

Lorsque l'on élève la température d'un corps pur, non altérable par la chaleur, on constate une liquéfaction : le solide fond. Cette liquéfaction (la **fusion**) se produit à une température constante, caractéristique du composé pur, pour une pression donnée. La mesure d'un point de fusion d'un composé se fait en utilisant un **banc Köfler**.

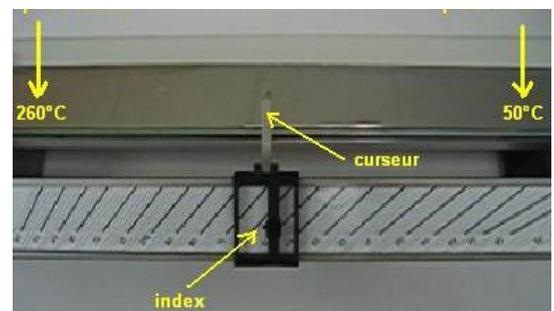


Protocole

- Le banc doit être allumé au moins 30 min avant utilisation dans une pièce **sans courants d'air**.

Détermination de la valeur approximative du point de fusion :

- Déposer quelques cristaux du produit à analyser sur la partie froide (généralement à droite du banc).
- Les faire avancer en biais en évitant les bords inférieurs et supérieurs de la partie métallique du banc, jusqu'à apparition de la fusion¹.
- Rabattre l'index de lecture et lire la température approximative.
- Nettoyer à sec (ou avec très peu d'éthanol) avec un coton vers l'extérieur du banc (éviter vers la partie froide – encrassement – et vers la partie chaude – brûlure, dégagement de vapeurs toxiques –).



¹ Une autre méthode correcte mais coûteuse consiste à projeter « nuage » fin de cristaux sur la zone de fusion.

Étalonnage du banc Köfler

- Renouveler l'opération avec un étalon (substance dont on connaît exactement la valeur de sa température de fusion) dont le point de fusion est le plus proche (supérieur ou inférieur) du point de fusion approximatif lu précédemment.
- Rabattre l'index sur la zone de séparation des parties fondue et non fondue.
- Déplacer le curseur afin qu'il indique la température de fusion de l'étalon.
- Nettoyer le banc, *sans utiliser d'éthanol*.

Détermination de la valeur exacte du point de fusion :

- Recommencer avec le produit à analyser et déterminer le point de fusion.
- Nettoyer le banc.

Remarques

- La mesure d'un point de fusion ne donne qu'une idée très **grossière** de la **pureté** d'un solide.
- L'**incertitude sur la T_f** mesurée est d'autant plus importante que cette T_f est élevée ($\pm 1^\circ$ pour $T_{fus} < 160^\circ\text{C}$, $\pm 2^\circ$ pour $160^\circ < T_{fus} < 230^\circ\text{C}$; $\pm 4^\circ$ pour $T_{fus} > 230^\circ\text{C}$).
- Ne pas mettre sa spatule dans les flacons contenant les étalons.
- Lorsque l'on connaît le point de fusion d'un solide, il n'est pas nécessaire de repartir de la zone froide à la droite du banc.
- Lors du nettoyage, utiliser **trop d'éthanol refroidit le banc**.
- L'obtention d'une **fusion franche** donne une indication (bien que grossière) de la pureté des cristaux.

Cette méthode est utilisée en fin de synthèse pour savoir si le produit synthétisé a des chances d'être le bon. Pour des analyses plus précises, on utilisera plutôt des techniques comme la spectrométrie de masse, la CPG, l'HPLC, l'IR, la RMN...

Attention :



Ne pas porter de gants, ceux-ci risquent de fondre sur la peau avec la chaleur du banc.

Ne pas faire de dépôt trop gros, la lecture est moins précise et c'est une perte de produit.

