

## Fiche technique n°3 : le Banc Köfler

### Définition

**Banc Köfler** = plaque de métal inoxydable soumise à gradient de température imposé par un système de chauffage interne.

### Principe

**Intérêt** = vérification de la pureté d'un composé chimique par mesure du point de fusion

**Fonctionnement** = la température le long du banc croit de la droite vers la gauche de 50 à 250°C. On y dépose le solide puis on le pousse à l'aide d'une spatule jusqu'à observer :

- un changement d'état : sublimation, fusion
- une décomposition thermique : le solide brunit en dégageant de la fumée

On peut alors rabattre un curseur pour obtenir la température correspondante (de fusion, de sublimation ou de décomposition thermique).

### Utilisation

**Règles de sécurité** = le banc est un objet chaud, avec échauffement de produits chimiques pouvant se volatiliser. Pour éviter tout risque d'intoxication, brûlure et incendie :

- ✓ manipuler sous hôte pour éviter d'inhaler les vapeurs de sublimation et/ou de décomposition thermique
- ✓ ne pas utiliser des gants en plastique/latex car ils fondent et collent à la peau. On pourra utiliser des gants de protection de thermique.
- ✓ toujours rester à l'écart de tout produit inflammable.

**Mise en marche** = le banc doit être allumé entre 30 et 45 minutes avant la première utilisation. Ce délai est nécessaire pour que le gradient thermique soit établi sur la plaque de métal.

**Etalonnage** = on choisit comme solide étalon un solide dont la température de fusion est proche de celle du produit à caractériser.

**Etape 1** : déposer la plus petite quantité possible du solide étalon une dizaine de degrés en-dessous de sa température de fusion

**Etape 2** : déplacer les grains en biais grâce à la spatule lentement (le temps que l'équilibre thermique se fasse entre le banc et le solide)

**Etape 3** : pour augmenter la précision de lecture, dès que la fusion commence, continuer à avancer jusqu'à ce que la moitié du composé soit à l'état liquide

**Etape 4** : Repérer la limite de fusion grâce au curseur rabattable

**Etape 5** : déplacer l'index verticalement pour que son extrémité touche la valeur de la température de fusion du solide étalon

**Mesure** = en matière de fusion, on considérera le produit pur si et seulement si :

$$T_{mesurée} = T_{fusion} \pm 2^{\circ}C$$

Les 2°C correspondent à l'incertitude de mesure et d'étalonnage.

- ✓ Si  $T_{mesurée} < T_{fusion} - 2^{\circ}C$  : des impuretés minérales persistent. Il faut donc procéder à une purification par recristallisation
- ✓ Si  $T_{mesurée} > T_{fusion} + 2^{\circ}C$  : le plus souvent il persiste des résidus de solvant peu volatil comme de l'eau. Il faut donc sécher le solide en étuve plus longtemps.

**Nettoyage du banc** = 2 méthodes de nettoyage

- à sec = avec morceau de coton toujours en allant vers l'extérieur
- avec de l'éthanol = cette méthode est à éviter car l'évaporation de l'éthanol entraîne un refroidissement du banc.

Mister  
PREPA