

▶ ▶ Quand ?

▪ On se sert de cette méthode pour contrôler la pureté d'un solide à l'issue d'une synthèse.

▶ ▶ Pourquoi ?

▪ La température de fusion est une grandeur caractéristique d'un corps pur. Vérifier la température de fusion du produit d'une synthèse et la comparer aux données de la littérature permet de vérifier la pureté d'un produit :

- Si la température ne correspond pas (est plus basse en général), le produit n'est pas pur.
- Si la température correspond (à plus ou moins 1°C, l'incertitude du banc étant en général de $\pm 1^\circ\text{C}$), on ne peut pas conclure de manière catégorique mais le produit peut être pur (il faut compléter la caractérisation par d'autres méthodes).

▶ ▶ Le protocole

▪ On utilise un banc Kofler : il s'agit d'un banc en métal qui présente un gradient de température d'un bout à l'autre du banc. Il s'agit d'un objet chaud, il doit donc être manipulé sans gants en latex

▪ Etalonner le banc à l'aide du produit de référence dont la température de fusion est la plus proche du produit à tester. Pour cela :

- Placer sur le banc une pointe de spatule du produit étalon une dizaine de degré en dessous de sa température de fusion.

- Déplacer les grains de solide lentement vers la partie plus chaude. Une fois que la fusion commence, continuer à pousser le solide de façon à obtenir une moitié du composé à l'état liquide et l'autre toujours à l'état solide.

- Repérer la limite de fusion à l'aide du curseur rabattable.

- Déplacer l'index mobile de sorte à amener son extrémité sur la valeur de température de fusion du solide étalon.

- Nettoyer le banc, en poussant le reste de solide étalon avec un morceau de coton sec perpendiculairement au banc.

▪ Placer ensuite sur le banc une pointe de spatule du produit à tester du côté des basses températures (ne pas en mettre trop). A l'aide de la spatule, pousser doucement l'échantillon vers les hautes températures jusqu'à voir fondre les premiers cristaux.

▪ Lire alors la température de fusion en plaçant le curseur à la limite entre le solide et les cristaux fondus. Nettoyer le banc à l'aide d'un coton imbibé d'alcool (transversalement au banc).

▶ ▶ Questions pratiques

→ *Qu'indique une température de fusion différente de la température tabulée ?*

- Si la température de fusion observée est plus basse que la température tabulée, cela est généralement dû à la présence d'impuretés. Il faut alors procéder à une purification du solide, par exemple par recristallisation.

- Si la température de fusion observée est plus haute que la température tabulée, cela est généralement dû à la présence de solvants peu volatils (de l'eau par exemple). Ce solvant s'évapore sur le banc, en consommant de l'énergie, et retarde la fusion du produit. Pour se débarrasser de ce solvant, il faut sécher plus longtemps le produit en le remplaçant à l'étuve, procéder à une purification du solide, par exemple par recristallisation.

