

Fig. Banc chauffant, système Kofler, avec commande électronique

1. Branchement au réseau :

Le banc chauffant est branché directement au réseau et mis en marche à l'aide du commutateur (1) situé à droite du banc chauffant.

Tension du réseau 230 volts, courant alternatif.

Les fluctuations sur le secteur sont compensées par l'électronique incorporée.

2. Mise en température :

Le banc chauffant atteint sa pleine température après 40 minutes environ. Lorsque le banc chauffant est employé souvent, il est opportun de le laisser branché pendant toute la journée. Ainsi les temps de mise en température peuvent être évités et le fonctionnement instantané est garanti. La consommation de courant atteint au maximum 150 watts/heure.

3. Lecture de la température :

Pour la lecture de la température il est prévu une échelle avec graduation de +50 à +260°C (3) avec droites de température décalées de 2°C et un dispositif de lecture. Ce dernier est constitué par un curseur (4) qui se déplace le long de l'échelle avec index (5) et patin (6). La pointe de l'index se trouve au-dessus de la surface du banc chauffant (2). Le patin monté sur le curseur peut être déplacé perpendiculairement à l'échelle.

4. Compensation de la température ambiante :

L'échelle de température (3) tient compte de l'influence des variations de la température ambiante. Pour les valeurs élevées de cette température les hautes températures de chauffage du banc se déplacent sur la surface chauffante (2) de l'extrémité gauche chauffée vers l'extrémité droite non chauffée. Les indications de température sur le bord supérieur de l'échelle correspondent à une température ambiante d'environ 28°C et celles sur le bord inférieur à une température ambiante d'environ 14°C. Il est donc nécessaire de régler le dispositif de lecture en fonction de la température ambiante à chaque mesure.

5. Mode de fonctionnement :

Le plus grand avantage de l'emploi du banc chauffant est une économie exceptionnelle de temps. La détermination d'un point de fusion y compris le réglage préalable du dispositif de lecture demande 1 à 2 minutes. Lorsqu'il s'agit d'une substance dont le point de fusion n'est pas connu quelques petits cristaux sont dispersés dans la zone moyenne de la surface chauffante (c'est à dire dans la gamme des températures de 100 à 140°C). On constate alors immédiatement s'il y a lieu de pousser vers la gauche ou vers la droite (c'est à dire vers les températures plus hautes ou plus basses). La température doit être lue à l'endroit de la surface chauffante où s'établit la ligne de séparation entre les particules solides et liquides. En général cette ligne de séparation est nette lorsque la quantité de substance déposée n'est excessive.

6. Substances témoins et substances d'essai :

Des échantillons de substances témoins et de substances d'essai sont fournis avec le banc chauffant pour les deux raisons suivantes: d' une part en vue de leur destination initiale, c'est à dire de la détermination des températures eutectiques, et d'autre part à titre de substances témoins pour le réglage du dispositif de lecture du banc chauffant.

Avec le banc chauffant sont fournies les substances suivantes dont les points de fusion sont indiqués ci-après:

| | | | |
|-------------|---------|---|-------|
| Azobenzene | 68°C | Salophène | 191°C |
| Benzile | 95°C | (salicylate d'acétyl- paraaminophénol) | |
| Acétanilide | 114,5°C | Dicyane-diamide | 210°C |
| Phénacétine | 134,5°C | Saccharine | 228°C |
| Benzanilide | 163°C | | |

A l'exception de la dicyane-diamide ces substances constituent de bonnes substances-témoins. La dicyane-diamide ne doit pas être employée à titre de substance témoin, car elle subit aisément une décomposition au cours de la fusion, de sorte que son point de fusion baisse quelque peu, assez rapidement. Cette substance est fournie avec le banc chauffant exclusivement à titre de substance d'essai pour la détermination des températures eutectiques.

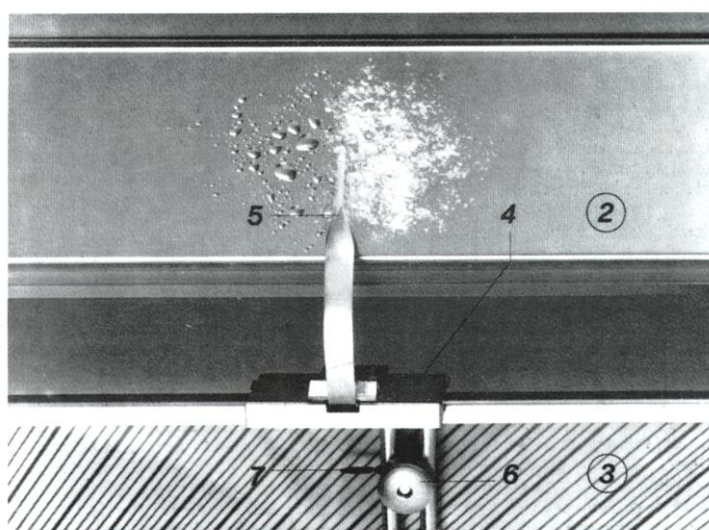


Fig. Dispositif de lecture

7. Réglage du dispositif de lecture :

Le réglage du dispositif de lecture doit être effectué de préférence de la manière suivante:

Avec la lancette déposer une petite quantité de l'une des substances témoins et d'essai (voir chiffre 6), par exemple phénacétine (F 235°C), sur la surface chauffante (2) à l'endroit des températures de l'ordre de 135°C. Après 10 secondes au moins, régler le curseur (4) le long de l'échelle de telle sorte que l'index (5) se trouve exactement sur la limite entre la partie fondue et la partie non fondue de la substance déposée. Pour éviter les erreurs de parallaxe il faut avoir soin d'effectuer la lecture dans la position de coïncidence exacte entre l'index et son image réfléchiée par la surface chauffante. Pour obtenir une meilleure vision de la ligne de séparation il est bon de l'observer avec une loupe. Laisser ensuite l'index dans cette position et déplacer vers le haut et vers le bas le patin mobile (6) qui port le curseur, de manière à amener son index (7) sur la droite de 135°C (au milieu entre les droites de 134°C et 136°C) de l'échelle de température (3). Le banc chauffant est ainsi étalonné. Si ultérieurement au cours de la détermination d'un point de fusion on déplace le curseur sur l'échelle de telle sorte que l'index (5) se trouve sur la ligne de séparation entre la partie solide et la partie liquide de la substance, l'index (7) du patin indique alors la température correcte sur l'échelle (3). Ceci est valable pour autant que les conditions extérieures et en particulier la température ambiante conservent les valeurs pour lesquelles le dispositif lecture a été réglé. Toute modification de ces conditions impose un nouvel étalonnage.

8. Précision :

La précision des déterminations effectuées à l'aide du banc chauffant dépend du soin avec lequel le réglage du dispositif de lecture a été effectué (voir chiffre 7). Lorsque l'on tient à obtenir des valeurs très exactes il faut étalonner le banc immédiatement avant l'examen de la substance à étudier, en employant pour cet étalonnage celle des substances-témoins fournies dont le point de fusion est le plus voisin de celui de la substance à examiner. Dans ces conditions on peut tabler sur une précision d'environ +1°C pour l'indication de la température.

Si en revanche, l'étalonnage du banc chauffant est effectué seulement dans la gamme moyenne de température – avec la phénacétine (F 135°C) on ne peut tabler dans le champ moyen du banc chauffant que sur une précision de l'ordre de +1°C pour l'indication de la température, tandis que dans les zones plus éloignées et en particulier aux extrémités du banc, la précision n'atteint plus que +2,5°C.

S'il s'agit de déterminer le point de fusion d'une substance non connue, sur le banc chauffant et avec le maximum de précision il faut donc procéder de la manière suivante:

- a) Déterminer le point de fusion de la substance à examiner.
- b) Procéder à un nouvel étalonnage du banc à l'aide de la substance témoin dont le point de fusion est le plus voisin du point de fusion trouvé.
- c) Déterminer le point de fusion exact de la substance à examiner.

9. Observation du Processus de fusion :

Les processus sur la surface chauffante peuvent être observé à l'œil nu. Pour une observation plus nette nous pouvons fournir des loupes de grossissement environ 2 fois.

10. Substances Susceptibles de décomposition :

Avec les substances qui se décomposent à la fusion on observe fréquemment sur le banc chauffant un point de fusion plus élevé que ne l'indique la bibliographie spécialisée. Ceci doit être attribué au fait bien connu que la température de décomposition dépend dans une large mesure de l'allure du chauffage. L'attention est donc attirée dans la bibliographie spécialisée sur le fait que les points de fusion des substances qui se décomposent facilement ne sont comparables que lorsque l'élévation de la température se poursuit à la même vitesse au cours de la détermination. Ce sont les valeurs déterminées avec l'élévation rapide de la température qui présentent en général la meilleure reproductibilité. Au cours de la fusion sur le banc chauffant la substance est amenée beaucoup plus rapidement à la température de fusion ou de décomposition que lorsque l'on détermine le point de fusion dans un petit tube capillaire ou bien sur la microplatine chauffante. Pour les substances se décomposant aisément la lecture de la température après environ 10 secondes donne les meilleurs résultats.

11. Substances volatiles :

Au cours de la détermination du point de fusion les substances volatiles disparaissent du banc chauffant par sublimation. Il est néanmoins possible de déterminer le point de fusion des substances aisément volatiles, car sur le banc la plupart de ces substances atteignent la température de fusion avant de se sublimer. La lecture doit donc être faite immédiatement après l'étalement de la substance. La volatilisation sans fusion préalable ne se produit sur le banc que dans le cas des substances extrêmement volatiles, par exemple hexachloréthane et borneol.

12. Températures eutectiques :

Le banc chauffant permet également de déterminer les températures eutectiques. A cet effet mélanger l'échantillon sur un porte-objet, avec une quantité à peu près égale d'une substance d'essai appropriée; recouvrir avec un deuxième porte-objet et frotter le mélange entre les deux porte-objets. Etendre ensuite le mélange sur la surface chauffante, avec l'un des porte-objets, de telle sorte qu'il se présente sous la forme d'une bande étroite orientée suivant la direction longitudinale de l'élément chauffant. Observer sur cette bande au cours du refroidissement la température à laquelle la bande devient «humide» et faire la lecture après environ 1 minute. Une lecture plus hâtive n'est opportune qu'avec les substances très volatiles.

La notice «Thermomicroscopy in the Analysis of Pharmaceuticals» de Kuhnert-Brandstätter donne des indications détaillées sur les grands avantages que présente la considération des températures eutectiques pour l'identification des substances organiques (voir chiffre 18). Nous sommes en mesure de fournir cet ouvrage. Les tableaux qu'il contient indiquent pour chaque substance non seulement le point de fusion et d'autres constantes physiques, mais aussi des températures eutectiques déterminées sur le banc chauffant concordent en général avec la température déterminée microscopiquement. Il intervient toutefois des différences pour les substances dont la fusion est lente. Les températures indiquées par le banc chauffant sont alors plus élevées.

13. Hydrates :

Avec les hydrates l'existence de l'eau de cristallisation se manifeste sur le banc chauffant de différentes manières. Lorsqu'ils sont chauffés au dessus d'une température déterminée de nombreux hydrates fondent en conservant leur état mais se solidifient ultérieurement sous forme de substances anhydres après évaporation de l'eau.

Au dessous de la température de fusion de l'hydrate on observe souvent après l'étalement un trouble des cristaux d'hydrate à la suite de la séparation de l'eau de cristallisation. Dans de nombreux hydrates ce phénomène se produit dans un intervalle de températures relativement large. Après la séparation de l'eau de cristallisation il est possible de déterminer immédiatement le point de fusion de la substance anhydre en déplaçant les cristaux sur la surface chauffante de la zone des plus basses vers la zone des plus hautes températures.

14. Point de fusion des mélanges

Pour la détermination du point de fusion d'un mélange, déposer le mélange de deux substances différentes sur la surface chauffante et observer si la ligne de séparation entre la partie fondue et la partie non fondue de la substance se trouve à la même température que pour les deux substances individuelles et si le point de fusion du mélange soit nettement défini. Pour la comparaison directe on peut déposer les substances individuelles et le mélange à côté les uns des autres sur la surface chauffante et procéder à l'observation.

15. Point de ramollissement des poudres de résines synthétiques :

Avec la lancette déposer une petite quantité de la poudre de résine synthétique à examiner sur la surface chauffante dans la zone de température du point de ramollissement prévu. Après 1 minute environ enlever la poudre à l'aide d'un pinceau à poils fins. Cette opération doit être effectuée soit transversalement par rapport à la surface chauffante, soit dans la direction des températures plus hautes, c'est à dire vers la droite. Un enlèvement de la poudre dans la direction des températures plus hautes (vers la gauche) donnerait lieu à un encrassement de la surface chauffante. L'index doit être réglé sur le point où la poudre présente tout juste encore des traces de début de cuisson.

16. Entretien du banc chauffant :

Pour protéger la surface du banc chauffant il faut déposer, répartir et déplacer les échantillons de substance seulement avec la lancette fournie avec l'appareil. La lancette, le scalpel et d'autres outils en acier ou en métal dur rayeraient la surface chauffante.

Après l'examen les résidus des substances doivent être enlevés de la surface chauffante. Ceci se fait par simple essuyage avec un chiffon sec, avec de l'eau ou bien avec un solvant organique. Pour les résidus très adhérents il est recommandé d'employer une pâte pour nettoyer les métaux mais il faut éviter les produits de nettoyage qui pourraient rayer la surface en acier antirouille.

17. Champs d'emploi :

Lorsqu'il s'agit de déterminer de façon rapide et peu compliqué le point de fusion, le banc chauffant système Kofler se prête comme moyen indispensable.

A cause de son maniement facile et son fonctionnement sur cet instrument est employé pour des tâches universelles.

Le banc chauffant permet en même temps non seulement la détermination du point de fusion mais aussi l'observation des caractéristiques dépendantes de la température. Mais avant tout, le banc chauffant se prête à la détermination du degré de pureté des substances, de l'existence et du comportement de l'eau de cristallisation, à l'observation de la décomposition et la volatilisation ainsi qu'à la détermination des températures eutectiques et des points de ramollissement des poudres de résines synthétiques. Ainsi s'ouvrent d'avantage au chimiste et au pharmacien des possibilités très intéressantes pour la recherche et l'identification plus rapide des substances organiques et spécialement des produits pharmaceutiques.

Le banc chauffant se prête aussi fort bien aux recherches préliminaires et la préparation des substances pour l'emploi de la microplatine chauffante. En tant que «préchauffage» le banc chauffant est un supplément important. Beaucoup de travaux, par exemple la fusion complète des échantillons entre porte-objet et couver-objet pour les recherches de polymorphie ou la production des échantillons de contact, peuvent être effectués de façon plus rapide qu'avec la microplatine chauffante.

18. Bibliographie :

- a) Kofler L., Kofler W.: « Über die Heizbank zur raschen Bestimmung des Schmelzpunktes ». Mikrochem. 34 (1949/50). 374-381.
- b) Kofler L., Kofler A., avec la collaboration de Brandstätter M.: « Thermo-Mikro-Methoden zur Kennzeichnung organischer Stoffe und Stoffgemische. » Universitätsverlag Wagner GmbH, Innsbruck, 1954
- c) Kuhnert-Brandstätter M.: « Thermomicroscopy in the Analysis of Pharmaceuticals. » Pergamon Press, Oxford, London.

19. Nous contacter :

Ce matériel est garanti 2 ans. Pour toutes questions, veuillez contacter :

sav@sciencethic.com

www.sciencethic.com