

Mesure Chimique

Mesure de point de fusion

Chemistry measurement

Determining the melting point

Réf :
251 027

Français – p 1

English – p 8

Version : 2107

Banc chauffant Kofler
Kofler heating bench

Sommaire

1	Présentation et mise en œuvre	1
1.1	Avantages du banc chauffant de Kofler	1
1.2	Schéma de l'appareil	2
1.3	Branchement au réseau électrique	2
1.4	Montée en température	2
1.5	Lecture de la température	2
1.6	Compensation de la température ambiante	3
1.7	Réglage du dispositif de lecture	3
1.8	Précision	4
1.9	Observation du processus de fusion	4
1.10	Substances-témoin et substances d'essai	4
1.11	Substances susceptible de décomposition	5
1.12	Substances volatiles	5
1.13	Températures eutectiques	5
1.14	Hydrates	6
1.15	Point de fusion des mélanges	6
1.16	Température de ramollissement des poudres et des résines synthétiques	6
2	Entretien du banc chauffant	6
3	Bibliographie	7
4	Précautions d'utilisation	7
4.1	Panne ou mauvais fonctionnement	7
4.2	Risques thermique et électrique	7
5	Service après-vente	7

1 Présentation et mise en œuvre

1.1 Avantages du banc chauffant de Kofler

Le banc chauffant système Kofler est l'outil désigné pour déterminer de façon rapide et simple le point de fusion d'un corps. Son maniement facile et son principe de fonctionnement permettent d'utiliser cet appareil pour des tâches universelles.

Le banc chauffant permet non seulement la détermination du point de fusion mais aussi l'observation des caractéristiques dépendantes de la température. En effet, 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.

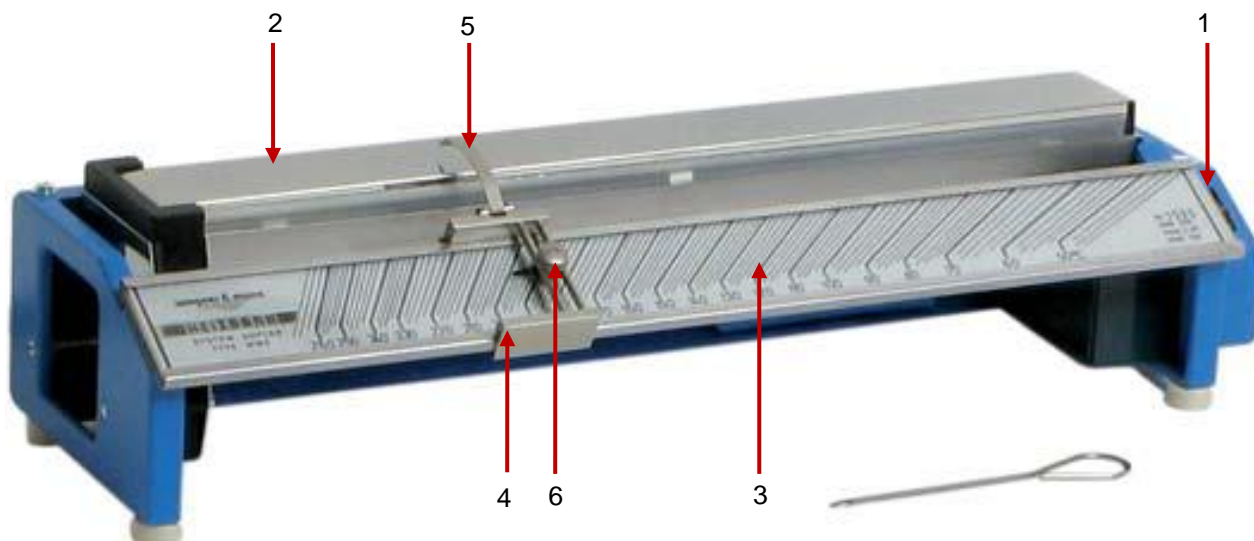
Le plus grand avantage de l'emploi du banc chauffant par rapport aux autres méthodes est une économie exceptionnelle de temps.

La détermination d'un point de fusion y compris le réglage préalable du dispositif de lecture demande 1 à 2 minutes seulement. 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 de températures comprise entre 100 et 140 °C).

On constate alors immédiatement s'il y a lieu de pousser la substance vers la gauche ou vers la droite du banc (c'est à dire vers les températures plus hautes ou plus basses).

La température de fusion doit être lue à l'endroit précis 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 pas excessive.

1.2 Schéma de l'appareil



Banc chauffant, système Kofler, avec commande électronique

1 – Interrupteur de mise en marche	4 – Curseur
2 – Surface chauffante	5 – Index
3 – Échelle graduée de +50 à 260 °C	6 – Patin coulissant

1.3 Branchement au réseau électrique

Le banc chauffant est branché directement au réseau et mis en marche à l'aide de l'interrupteur de mise en marche (1) situé à droite du banc chauffant. L'appareil doit être alimenté en courant alternatif 230 V- 50 Hz. Les fluctuations du secteur sont compensées par l'électronique incorporée.

1.4 Montée en température

Le banc chauffant atteint sa température opérationnelle après 40 minutes environ. Lorsque le banc chauffant est employé fréquemment, il est opportun de le laisser branché pendant toute la journée. Ainsi les temps nécessaires à sa montée en température peuvent être évités et le fonctionnement instantané est garanti.

La puissance absorbée par l'appareil atteint au maximum 150 W/h.

1.5 Lecture de la température

Pour la lecture de la température il est prévu une échelle de température de +50 à +260 °C (3) graduée tous les 2 °C et un dispositif de lecture.

Ce dernier est constitué par un curseur (4) qui se déplace avec index (5) le long de l'échelle et un 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.

1.6 Compensation de la température ambiante

Le dispositif de lecture de la température est conçu pour prendre en compte l'influence des variations de la température ambiante.

En effet, les fluctuations de la température d'environnement dans lequel est utilisé le banc influent sur la température d'équilibre de la surface chauffante.

Il est par conséquent nécessaire de régler le dispositif de lecture en fonction de la température ambiante avant chaque mesure.

1.7 Réglage du dispositif de lecture

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

Avec la lancette (spatule fournie avec l'appareil) déposer une petite quantité de l'une des substances témoin et d'essai (voir paragraphe suivant) sur la surface chauffante (2)

Par exemple, la benzoïne (température de fusion de 132-135 °C), sur la surface chauffante aux alentours de la graduation 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.

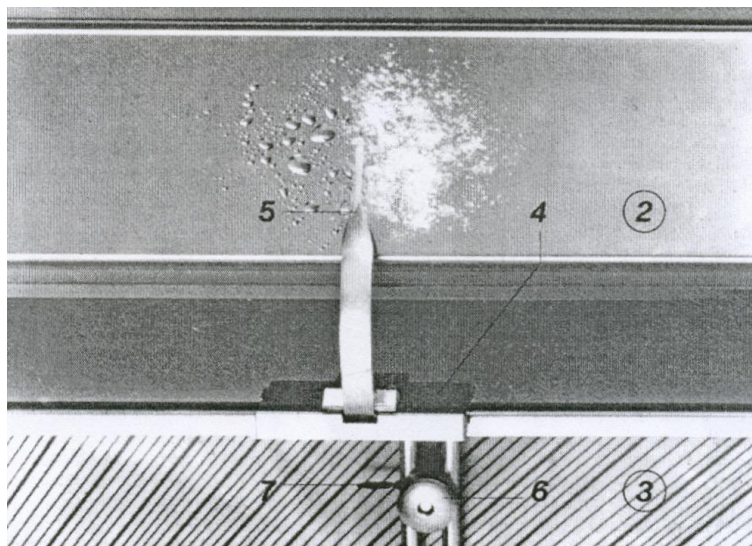
Pour éviter les erreurs de parallaxe il faut prendre soin d'effectuer la lecture dans la position de coïncidence exacte entre l'index et son image réfléchiée par la surface chauffante. Pour obtenir une meilleure vision de la ligne de séparation il est possible d'observer la séparation liquide-solide avec une loupe.

Une fois l'index bien positionné, déplacer verticalement le patin coulissant (6), de manière à amener la pointe de son aiguille indicatrice (7) sur la valeur de 135 °C (entre les graduations 134 °C et 136 °C) de l'échelle de température (3). Le banc chauffant est ainsi étalonné.

Pour toute détermination ultérieure d'un point de fusion, si 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'aiguille indicatrice (7) du patin indique alors la température juste sur l'échelle (3).

L'étalonnage est valable tant que les conditions d'ambiance (en particulier la température) sont les mêmes que celles dans lesquelles le dispositif lecture a été réglé.

Toute modification de ces conditions impose un nouvel étalonnage.



1.8 Précision

La précision des mesures effectuées à l'aide du banc chauffant dépend du soin avec lequel le réglage du dispositif de lecture a été effectué (Paragraphe 1.6). 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 la mesure de la température.

Si en revanche, l'étalonnage du banc chauffant est effectué seulement dans la gamme moyenne de température (avec la benzoïne dont la température de fusion est de 132-135 °C) on ne peut tabler dans les zones plus éloignées (extrémités du banc) sur une précision de moins de +2,5 °C. En revanche, la précision des mesures dans la zone médiane du banc chauffant est toujours de l'ordre de +1 °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 procéder de la manière suivante :

- 1 Repérer rapidement le point de fusion de la substance à examiner.
- 2 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 repéré.
- 3 Mesurer à nouveau le point de fusion de la substance à examiner sur le banc étalonné. Noter la température de fusion qui cette fois est juste et précise.

1.9 Observation du processus de fusion

Les processus sur la surface chauffante peuvent être observé à l'œil nu. Pour une observation plus nette, il est recommandé d'utiliser une loupe de grossissement environ 2 fois.

1.10 Substances-témoin et substances d'essai

Un jeu d'échantillons de substances-témoin et de substances d'essai sont fournis avec le banc chauffant pour :

- pour le réglage du dispositif de lecture du banc chauffant,
- pour la détermination des températures eutectiques,

Les caractéristiques des substances sont indiquées ci-après:

Nom de substance	Temp. de fusion
Acide adipique	150-153 °C
Benzile	94,0 °C
Acétanilide	113-115 °C
Benzoïne	132-135 °C
Benzanilide	161-165 °C
Dicyandiamide	208-210 °C
Saccharine	225-227 °C
Acide stéarique	68-70 °C

N.B. : Les substances décrites dans le tableau ci-dessus sont susceptibles d'être remplacées par le fabricant de l'appareil par des substances de point de fusion voisin.

Toutes ces substances à l'exception de la dicyandiamide, peuvent être utilisées comme substances-témoin.

La dicyandiamide ne doit pas être employée à titre de substance témoin, car elle subit une décomposition au cours de la fusion, de sorte que son point de fusion baisse assez rapidement. Cette substance est fournie avec le banc chauffant exclusivement à titre de substance d'essai pour la détermination des températures eutectiques.

1.11 Substances susceptible de décomposition

Dans le cas des substances qui se décomposent lorsqu'elles sont chauffées, on mesure fréquemment sur le banc chauffant un point de fusion plus élevé que ne l'indique la bibliographie spécialisée. Il faut prendre en compte le fait 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 mesure.

Ce sont les valeurs déterminées avec l'élévation rapide de la température qui présentent en général la meilleure reproductibilité. Il convient donc, au cours de la mesure sur le banc chauffant que la substance soit amenée beaucoup plus rapidement à sa température de fusion ou de décomposition que lorsque l'on détermine simplement un point de fusion.

Pour les substances se décomposant aisément la lecture de la température après 10 secondes environ donne les meilleurs résultats.

1.12 Substances volatiles

Au cours de la détermination du point de fusion, certaines substances volatiles disparaissent du banc chauffant par sublimation.

Il est néanmoins possible de déterminer le point de fusion de ce type de substance, car sur le banc la plupart d'entre elles atteignent la température de fusion avant de se sublimer. La lecture doit donc être faite immédiatement après l'étalement de la substance.

La sublimation sans fusion préalable ne se produit sur le banc que dans le cas des substances extrêmement volatiles, par exemple hexachloréthane et bornéol.

1.13 Températures eutectiques

Le banc chauffant permet également de déterminer les températures eutectiques. Pour ce faire, mélanger l'échantillon sur un porte-objet, avec une quantité à peu près égale à une substance d'essai appropriée. Recouvrir le mélange avec un deuxième porte-objet et le frotter entre les deux porte-objets. Étendre 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 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-Brandstatter donne des indications détaillées sur les grands avantages que présente la mesure des températures eutectiques pour l'identification des substances organiques. 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 qui concordent en général avec la température déterminée microscopiquement. Il se produit toutefois des différences pour les substances dont la fusion est lente.

Les températures indiquées par le banc chauffant sont alors plus élevées.

1.14 Hydrates

Dans le cas des 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, une modification 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 températures vers la zone des plus hautes températures.

1.15 Point de fusion des mélanges

Pour la détermination du point de fusion d'un mélange, déposer le mélange des deux substances sur la surface chauffante et observer si la ligne de séparation entre la partie fondue et la partie non fondue du mélange se trouve à la même température que pour les deux substances individuelles et si le point de fusion du mélange est 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.

1.16 Température de ramollissement des poudres et des 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 (vers la droite).

Un enlèvement de la poudre dans la direction des températures plus basses (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.

2 Entretien du banc chauffant

Afin de préserver la surface du banc chauffant, il est nécessaire d'utiliser la lancette fournie avec l'appareil pour déposer, répartir et déplacer les échantillons de substances sur la surface chauffante. L'utilisation de tout autre ustensile tel que le scalpel ou autre outil en acier ou en métal dur peut rayer la surface chauffante.

Après analyse, 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 qui adhèrent fortement à la surface chauffante, il est recommandé d'employer une pâte pour lustrer les métaux.

Eviter cependant tout produit de nettoyage qui pourrait rayer la surface en acier inoxydable.

3 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 Brandstatter M.: «Thermo-Mikro-Methoden zur Kennzeichnung organischer Stoffe und Stoffgemische » Universitätsverlag Wagner GmbH, Innsbruck, 1954
- c) Kuhnert-Brandstatter M.: «Thermomicroscopy in the Analysis of Pharmaceuticals» Pergamon Press, Oxford, London.

4 Précautions d'utilisation

4.1 Panne ou mauvais fonctionnement

En cas de panne, ou de mauvais fonctionnement de l'appareil, ne pas démonter celui-ci. Le retourner à notre service après-vente pour réparation. Toute intervention sur l'appareil pendant sa période de garantie entraînerait la nullité de cette dernière.

Ne pas faire fonctionner l'appareil après avoir effectué des modifications sur le dispositif de chauffage ou s'il présente des signes de mauvais fonctionnement

4.2 Risques thermique et électrique

Pendant l'utilisation, cet appareil présente des surfaces chaudes dont la température peut atteindre par endroit 260 °C. Il est important de ne pas toucher la surface chauffante (2) lorsque l'appareil est en fonctionnement ou pendant son refroidissement.

Tout contact entre cette surface et la peau peut provoquer des brûlures.

Attendre que la surface chauffante de l'appareil ait refroidi avant de ranger celui-ci dans une boîte ou une armoire.

Ne jamais laisser l'appareil en fonctionnement sans surveillance.

Ne pas couvrir le banc chauffant Kofler pendant son utilisation.

Ne pas utiliser cet appareil à proximité de substances inflammables ou susceptibles de se décomposer de façon violente au contact de la chaleur.

Toutes les opérations de nettoyage en particulier avec des solvants organiques inflammables et/ou volatils doivent être effectuées sur l'appareil préalablement refroidi.

Lorsque les mesures de point de fusion sont effectuées sur des substances pouvant libérer des gaz et/ou des vapeurs toxiques, il est fortement recommandé d'opérer sous hotte aspirante.

Toujours alimenter l'appareil avec un courant électrique correspondant à ses caractéristiques.

5 Service après-vente

La garantie est de 2 ans, le matériel doit être retourné dans nos ateliers.

Pour toutes réparations, réglages ou pièces détachées, veuillez contacter :

JEULIN - SUPPORT TECHNIQUE
468 rue Jacques Monod
CS 21900
27019 EVREUX CEDEX France

0 825 563 563*

**0,15 €/TTC à partir d'un téléphone fixe*

Summary

1	Introduction and set up	8
1.1	Kofler heating bench features	8
1.2	Diagram of the apparatus	9
1.3	Electrical connection	9
1.4	Temperature increase	9
1.5	Reading the temperature	9
1.6	Ambient temperature compensation	10
1.7	Adjusting the reading device	10
1.8	Accuracy	11
1.9	Observation of the melting process	11
1.10	Control substances and test substances	11
1.11	Substances susceptible to decomposition	12
1.12	Volatile substances	12
1.13	Eutectic temperatures	12
1.14	Hydrates	12
1.15	Melting point of mixtures	13
1.16	Softening temperature of synthetic powders and resins	13
2	Care of the heating bench	13
3	Bibliography	13
4	Use precautions	14
4.1	Breakdown or malfunction	14
4.2	Heat and electrical hazards	14
5	After-Sales Service	14

1 Introduction and set up

1.1 Kofler heating bench features

The Kofler heating bench is a tool designed to determine the melting point for an object by a quick and easy method. The principle on which it operates and the ease in handling make this apparatus suitable for general purpose tasks.

With the heating bench, you can not only determine the melting point but also observe temperature-dependent properties. In effect, the heating bench can be used for determining the degree of purity of various substances, the presence and the behaviour of crystallization water, as well as for observing decomposition and volatilisation, and determining eutectic temperatures and softening points of synthetic resins and powders.

The greatest advantage in using the heating bench rather than other methods is that it is exceptionally time saving.

It only takes 1 to 2 minutes to determine a melting point, including the prior adjustment of the reading device. When you have a substance with an unknown melting point, spread a few small crystals in the midzone of the heating surface (i.e., in the 100 to 140 °C temperature range).

You will then see right away if you need to push the substance to the left or to the right of the bench (i.e., towards higher or lower temperatures).

The melting temperature must be read at the precise location on the heating surface where the separation line between the liquid and solid particles establishes itself. This separation line is generally distinct if you do not use an excessive amount of the substance.

1.2 Diagram of the apparatus

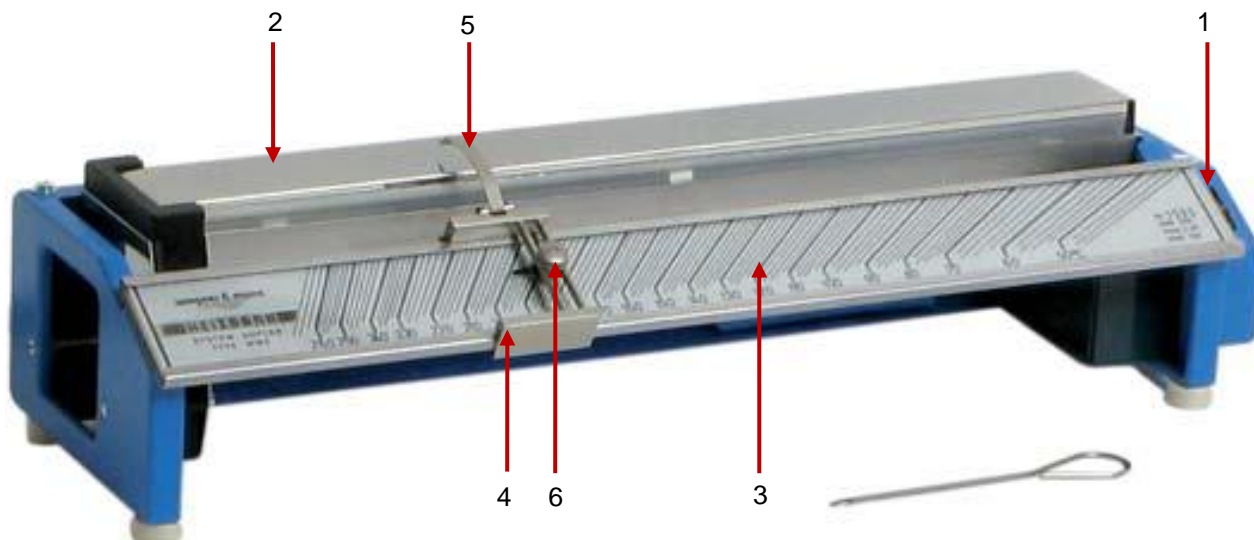


Fig. Kofler heating bench with electronic control.

1 – On-off switch	4 – Slide
2 – Heating surface	5 – Pointer
3 – Graduated scale from +50 to 260 °C	6 – Guide

1.3 Electrical connection

The heating bench can be plugged directly into the network and started with the on-off switch (1) located on the right side.

The apparatus runs on a 230 V- 50Hz AC current.

The built-in electronics compensate for household current fluctuations.

1.4 Temperature increase

The heating bench requires ca. 40 minutes to attain its operating temperature. If frequent use of the bench is anticipated, it is recommended to leave it plugged in all day. The warm up time is thus avoided and the bench is always ready for immediate use.

The maximum power absorbed by the apparatus is 150 W/h.

1.5 Reading the temperature

A temperature scale graduated in 2 °C increments, ranging from +50 to 260 °C (3), and a reading device are provided for reading the temperature.

The latter consists of a slide (4), which is moved with the pointer (5) along the scale, and a guide (6).

The tip of the pointer is located above the surface of the heating bench (2). The guide mounted on the slide can be moved perpendicular to the scale.

1.6 Ambient temperature compensation

The temperature reading device is designed to take the influences of variations in ambient temperature into account.

In effect, the temperature fluctuations in the environment in which the bench is used affect the equilibrium temperature of the heating surface.

Consequently, it is necessary to adjust the reading device relative to the ambient temperature prior to each measurement.

1.7 Adjusting the reading device

The reading device is best adjusted in the following manner:

With the spatula (included with the device), place a small quantity of one of the control and test substances (see the following paragraph) on the heating surface (2);

for example, benzoine (melting temperature of 132-135 °C), on the heating surface near the 135 °C mark.

After at least 10 seconds, adjust the slide (4) along the scale so that the pointer (5) is located exactly on the border between the melted and non-melted fractions of the substance deposited on the bench.

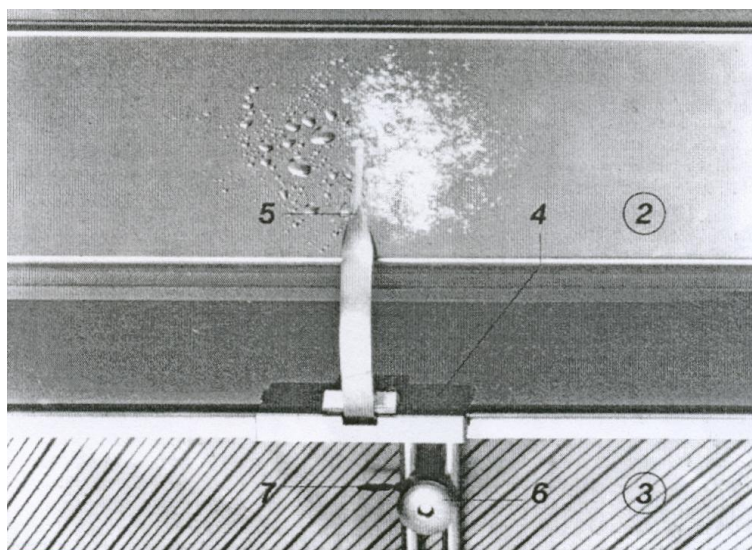
In order to avoid parallax errors, be sure to take the reading in the exact position of coincidence between the pointer and its reflection on the heating surface. You can observe the liquid-solid separation with a magnifying glass in order to obtain a better view of the separation line.

Once the pointer is properly positioned, move the sliding guide (6) vertically until its indicator needle (7) is on the 135 °C value (between the 134 °C and 136 °C marks) of the temperature scale (3). The heating bench is now calibrated.

For any subsequent determination of a melting point, if you move the slide along the scale so that the pointer (5) is located on the separation line between the solid and liquid fractions of the substance, the indicator needle (7) of the guide will then indicate the corresponding temperature on the scale (3).

As long as the ambient conditions (especially the temperature) remain the same as those in which the reading device was set, the calibration will be valid.

Any change in these conditions requires a new calibration.



1.8 Accuracy

The accuracy of the measurements taken with the heating bench depends upon the care taken in the adjustment of the reading device (paragraph 1.6). If you need to obtain very accurate values, you must calibrate the bench immediately prior to examining the substance to be studied, using that substance among the control substances provided of which melting point is closest to that of the substance to be examined. Under these conditions, you can count on a precision of around 1 °C for the temperature measurement.

If however, the heating bench is only calibrated in the medium temperature range (with benzoine, for which the melting temperature is 132-135 °C), you cannot count on any greater precision than +2.5 °C in the remotest zones (ends of the bench). On the other hand, the accuracy of the measurements in the midzone of the bench is always +1 °C.

If you want to determine the melting point of an unknown substance on the heating bench and with maximum accuracy, proceed in the following manner:

- 1 Perform a quick determination of the melting point of the substance to be examined.
- 2 Recalibrate the bench with a control substance for which the melting point is closest to the melting point determined in step 1.
- 3 Now remeasure the melting point of the substance to be examined on the calibrated bench. Record the melting temperature, which will be correct and precise this time.

1.9 Observation of the melting process

You can observe the processes on the heating surface with your naked eye. We suggesting using a 2X magnifying glass for a more precise observation.

1.10 Control substances and test substances

A set of control substance and test substance samples are supplied with the heating bench for:

- calibrating the reading device of the heating bench,
- determining eutectic temperatures,

The characteristics of the substances are listed below:

Name of substance	Melting Temp.
Acide adipique	150-153 °C
Benzile	94,0 °C
Acétanilide	113-115 °C
Benzoine	132-135 °C
Benzanilide	161-165 °C
Dicyandiamide	208-210 °C
Saccharine	225-227 °C
Acide stéarique	68-70 °C

Note: The manufacturer of the device may substitute other substances with similar melting points for the substances described in the above table.

All of these substances, except dicyandiamid, may be used as control substances.

Dicyandiamid may not be used as a control substance because as it melts it decomposes in such a way that its melting point lowers rather rapidly. This substance is supplied with the heating bench only as a test substance for determining eutectic temperatures.

1.11 Substances susceptible to decomposition

In the case of substances that decompose as they are heated, a melting point higher than that indicated in the specialized bibliography is often measured on the heating bench. One must take into account that the decomposition temperature depends to a large extent on the speed of the heating. In the specialized bibliography, attention is thus drawn to the fact that the melting points of substances that readily decompose are only comparable when the temperature elevation occurs at a uniform rate during the course of the measurement.

These values were determined with rapid temperature elevation and in general they are the most reproducible. However, it is necessary to heat the substance to its melting or decomposition temperature on the heating bench much more rapidly than when simply determining a melting point.

For substances that readily decompose, reading the temperature after around 10 seconds will give the best results.

1.12 Volatile substances

While determining the melting point, certain volatile substances disappear from the heating bench by sublimation.

It is nevertheless possible to determine the melting point for this type of substance because most of them reach melting temperature on the bench before sublimating. The reading must therefore be taken immediately after spreading the substance. Sublimation without melting beforehand only occurs on the bench in the case of extremely volatile substances, such as hexachlorethane and borneol.

1.13 Eutectic temperatures

It is also possible to determine eutectic temperatures with the heating bench. To do so, mix the sample with a nearly equal quantity of a suitable test substance on a slide. Cover the mixture with a second slide and rub it between the two slides. Then spread the mixture on the heating surface with one of the slides so that it forms a narrow band oriented in the lengthwise direction of the heating element. On this band, note the temperature at which the band becomes "humid" and take the reading after ca. 1 minute. Taking a reading sooner is only recommended for highly volatile substances.

The bulletin "Thermomicroscopy in the Analysis of Pharmaceuticals" by Kuhnert-Brandstatter discusses in detail the considerable advantages of measuring eutectic temperatures to identify organic substances. The tables in this bulletin list not only the melting point and other physical constants for each substance but also the eutectic temperatures determined on the heating bench that in general correspond to the microscopically-determined temperature.

However, there will be differences for substance that melt slowly. The temperatures indicated by the heating bench are higher in this case.

1.14 Hydrates

In the case of hydrates, the presence of crystallization water manifests itself in different ways on the heating bench. When they are heated above a specific temperature, numerous hydrates melt without changing their state; however, they then solidify in the form of anhydrous substances after the water evaporates.

Below the melting temperature of the hydrate, one can often observe a change in the hydrate crystals after spreading them out and after separation of the crystallization water. In numerous hydrates, this phenomenon occurs in a relatively wide temperature interval.

After separation of the crystallization water, it is possible to determine the melting point of the melting point of the anhydrous substance immediately by moving the crystals on the heating surface from the zone of the lower temperatures to the zone of the higher temperatures.

1.15 Melting point of mixtures

To determine the melting point of a mixture, place the mixture of the two substances on the heating surface and observe whether the separation line between the melted and non-melted fractions of the mixture is produced at the same temperature as for the two individual substances and if the melting point of the mixture is clearly defined.

For a direct comparison, one can place the individual substances and the mixtures side by side on the heating surface and proceed with the observation.

1.16 Softening temperature of synthetic powders and resins

With the spatula, place a small amount of the synthetic resin powder to be examined on the heating surface in the temperature zone of the anticipated softening point. After about 1 minute, remove the powder with a fine-bristled brush. This operation should be performed either transversally relative to the heating surface or in the direction of the higher temperatures (to the right).

Removing the powder in the direction of the lower temperatures (to the left) would result in soiling the heating surface. The pointer must be set on the point where the powder just shows traces of the beginning of sintering.

2 Care of the heating bench

In order to prevent damage to the heating surface, you must use the spatula provided with the apparatus to deposit, spread, and move the substance samples on it. Using any other tool such as a scalpel or other steel or hard metal tool may scratch the heating surface.

After the analysis, the residues of the substances must be removed from the heating surface. This can be done by simply wiping it with a dry cloth, with water or even with an organic solvent. We recommend using a metal polish for residues that stick strongly to the heating surface.

Avoid, however, any cleanser that might scratch the stainless steel surface.

3 Bibliography

- 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 Brandstatter M.: «Thermo-Mikro-Methoden zur Kennzeichnung organischer Stoffe und Stoffgemische » Universitätsverlag Wagner GmbH, Innsbruck, 1954
- c) Kuhnert-Brandstatter M.: «Thermomicroscopy in the Analysis of Pharmaceuticals» Pergamon Press, Oxford, London.

4 Use precautions

4.1 Breakdown or malfunction

Do not take the apparatus apart if it is broken or not working properly. Return it to our after-sales service department for repairs. Any intervention performed on the apparatus while it is under warranty will void the latter.

Do not turn the apparatus on after alterations have been made to the heating device or if it appears not to be working properly.

4.2 Heat and electrical hazards

During use, this apparatus has hot surfaces of which the temperature can reach 260 °C in some places. It is important not to touch the heating surface (2) while the apparatus is operating or while it is cooling down. Any contact between this surface and the skin can cause burns.

Wait until the heating surface of the apparatus has cooled before putting it in a box or cabinet.

Never leave the apparatus running unattended.

Do not cover the Kofler heating bench while it is in use.

Do not use this apparatus near flammable substances or those that may explode upon contact with heat.

Make sure that the apparatus has cooled completely before cleaning it, especially with flammable and/or volatile organic solvents.

We strongly recommend working under an exhaust hood when taking melting point measurements on substances that are capable of liberating toxic gases or vapours.

Always use an electric current corresponding to the characteristics of the apparatus.

5 After-Sales Service

This material is under a two year warranty and should be returned to our stores in the event of any defects.

For any repairs, adjustments or spare parts, please contact:

JEULIN - TECHNICAL SUPPORT
468 rue Jacques Monod
CS 21900
27019 EVREUX CEDEX France

+33 (0)2 32 29 40 50

Assistance technique en direct

Une équipe d'experts
à votre disposition du Lundi
au Vendredi (8h30 à 17h30)

- Vous recherchez une information technique ?
- Vous souhaitez un conseil d'utilisation ?
- Vous avez besoin d'un diagnostic urgent ?

Nous prenons en charge immédiatement votre appel pour vous apporter une réponse adaptée à votre domaine d'expérimentation : Sciences de la Vie et de la Terre, Physique, Chimie, Technologie .

Service gratuit *

0825 563 563 choix n° 3. **

* Hors coût d'appel : 0,15 € ttc / min.
à partir d'un poste fixe.

** Numéro valable uniquement pour
la France métropolitaine et la Corse.

Pour les Dom-Tom et les EFE,
utilisez le + 33 (0)2 32 29 40 50

Aide en ligne :
www.jeulin.fr

Rubrique FAQ



Rue Jacques-Monod,
Z.I. n° 1, Netreville,
BP 1900, 27019 Evreux cedex,
France

Tél. : + 33 (0) 2 32 29 40 00
Fax : + 33 (0) 2 32 29 43 99
Internet : www.jeulin.fr - support@jeulin.fr

Phone : + 33 (0) 2 32 29 40 49
Fax : + 33 (0) 2 32 29 43 05
Internet : www.jeulin.com - export@jeulin.fr

SA capital 3 233 762 € - Siren R.C.S. B 387 901 044 - Siret 387 901 04400017

Direct connection for technical support

A team of experts at your
disposal from Monday
to Friday (opening hours)

- You're looking for technical information ?
- You wish advice for use ?
- You need an urgent diagnosis ?

We take in charge your request immediatly to provide you with the right answers regarding your activity field : Biology, Physics, Chemistry, Technology .

Free service *

+ 33 (0)2 32 29 40 50**

* Call cost not included

** Only for call from foreign countries

