

Quel est l'indice de saponification de l'ester étudié, c'est-à-dire le nombre de milligrammes de potasse qu'il faut pour saponifier 1 gramme d'ester ?

### RESULTATS.

L'ester étudié est l'acétate d'éthyle pur. Théoriquement :  $v = 10,2$  et  $n = 39,8$  ce qui donne  $M = 88$ .

Les résultats obtenus par les élèves correspondent à une précision de 3 % avec une moyenne pour  $M$  de 90-92.

M. GOURSON

(Voltaire).

## Mélanges binaires naphthalène-naphtols

1<sup>er</sup> CAS. — Naphthalène ( $M = 128$  ;  $F = 80^\circ\text{C}$ ) et  $\alpha$  Naphtol ( $M = 144$  ;  $F = 96^\circ\text{C}$ ). Ces deux corps ne sont pas miscibles à l'état solide et donnent un eutectique pour la fraction molaire  $v = 0,395$  en  $\alpha$  naphtol. Le point de fusion de l'eutectique est  $E = 60^\circ\text{C}$ .

### MATERIEL.

a) Utiliser les produits ordinaires. Ils sont peu coûteux. Les résultats sont suffisamment voisins de ceux que donnent les produits purs (Ecart de 1 à 3 degrés sur l'eutectique).

Préparer des mélanges de titre  $x$  connu. Le tableau ci-dessous donne les proportions des deux corps à utiliser ( $m_1$  masse du naphtol,  $m_2$  masse du naphthalène) :

$x$	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1
$m_1$	11,1	21,9	34,8	42,8	53,0	63,0	72,6	82,2	91,0	100
$m_2$	88,9	78,1	65,2	57,2	47,0	37,0	27,4	17,8	9,0	0

Faire fondre chaque mélange au préalable pour être sûr de son homogénéité et après solidification le réduire en paillettes faciles à introduire dans un tube à essais.

b) Un tube à essai  $18 \times 180$  sert de tube laboratoire. Un bouchon de liège l'obture et porte en son milieu un thermomètre

0-120. Le bouchon est échancré sur le bord et laisse passer un agitateur fait d'un fil de cuivre bouclé à son extrémité inférieure. Le tube à essai est placé à l'intérieur d'un autre tube de plus grand diamètre de manière que entre les parois des deux tubes on ait un intervalle de quelques millimètres. On réalise ainsi un matelas d'air qui ralentit le refroidissement. L'ensemble qui peut être déplacé verticalement plonge dans un béccher de 500 ml servant de bain-marie. Un thermoplongeur porte l'eau du bain-marie à l'ébullition.

### EXPERIENCE.

Introduire le mélange étudié dans le tube à essai, en quantité suffisante pour que le réservoir du thermomètre soit à peu près au milieu de la masse fondue, la graduation 55-120 °C étant au-dessus du bouchon.

Chauffer au bain-marie jusqu'à fusion totale (faire en sorte qu'il ne reste pas de cristaux sur les parois). Soulever verticalement l'ensemble des deux tubes et du thermomètre. Laisser refroidir. Suivre la marche descendante du thermomètre et noter soigneusement la température d'apparition des premiers cristaux. Noter la température toutes les demi-minutes au début lorsque le refroidissement est rapide, puis toutes les minutes et finalement toutes les deux ou trois minutes. La durée totale des observations est d'environ vingt minutes.

Dresser le tableau des nombres relevés pour le temps  $\vartheta$  et la température  $t$ . Tracer la courbe  $t = f(\vartheta)$  avec les échelles suivantes :

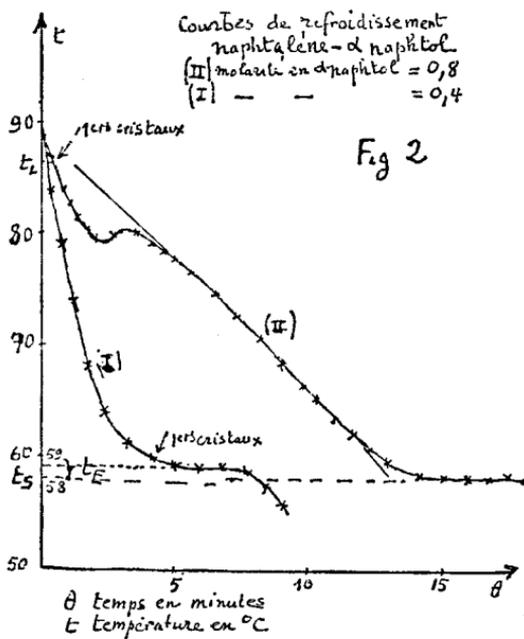
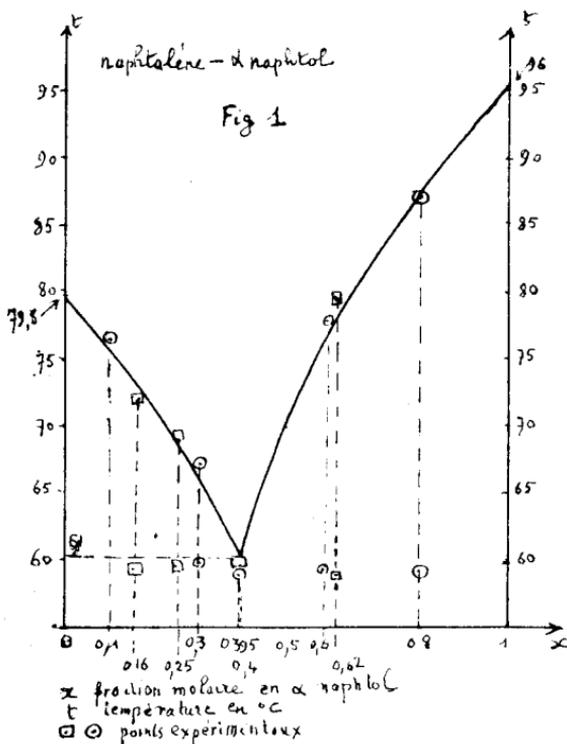
- En abscisse le temps  $\vartheta$  en minute : 1 cm = 1 minute.
- En ordonnée la température  $t$  en °C : 1 cm = 2 °C.

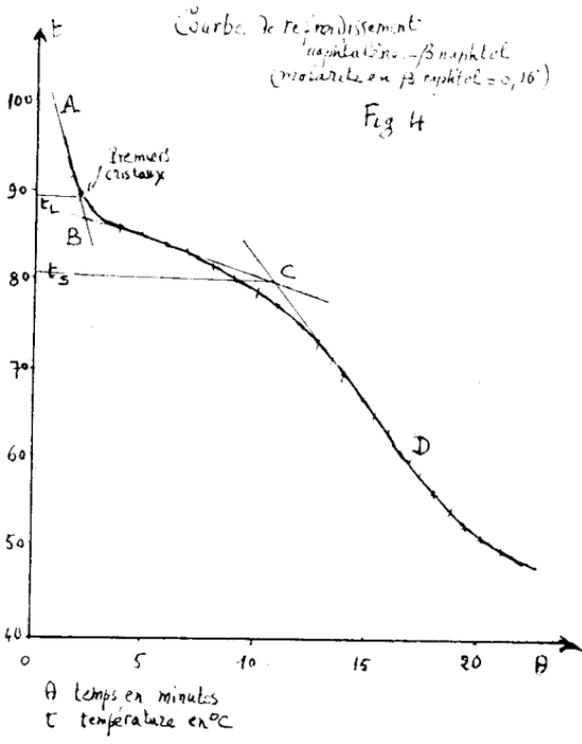
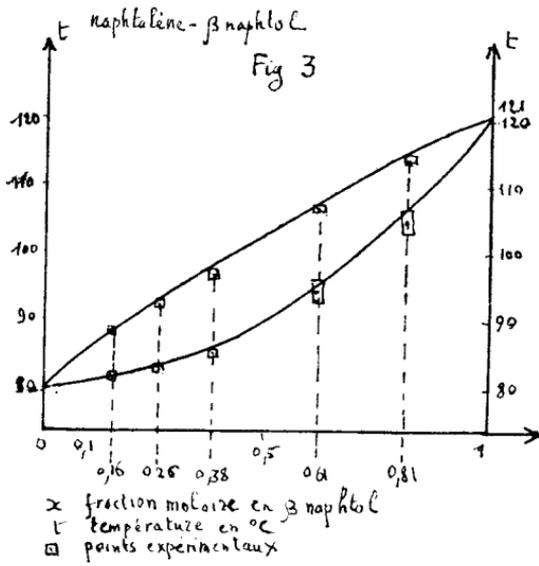
Chaque élève ou groupe d'élèves étudie deux mélanges de titre connu. Les résultats de toute l'équipe permettent d'établir le diagramme solidus-liquidus. Les figures 1 et 2 donnent un exemple des résultats obtenus et des courbes de refroidissement observées.

2° CAS. — Naphtalène ( $F = 80$  °C) et  $\beta$  naphtol ( $F = 121$  °C). Ces deux corps sont complètement miscibles à l'état solide. L'étude expérimentale se fait avec le même matériel et de la même manière. Les figures 3 et 4 donnent un exemple des résultats obtenus et d'une courbe de refroidissement.

### Remarque.

Une courbe de refroidissement comprend toujours trois parties correspondant : AB au refroidissement du liquide, BC à la solidification, CD au refroidissement du solide. Le dégagement de chaleur lors de la solidification se traduit par des ruptures de pente en B et C qui marquent ainsi le début et la fin de la solidification. Pour déterminer ces points on opère, comme il est





indiqué sur la figure 4, en traçant les droites de pente moyenne des trois portions de la courbe de refroidissement et repérant leurs intersections.

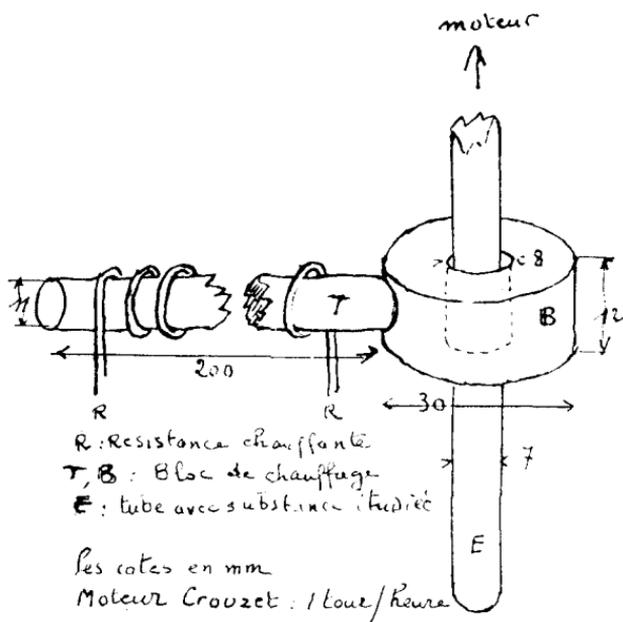
Pour la température de solidification commençante on dispose de deux repères : l'apparition des premiers cristaux et l'intersection des droites AB et BC. Ces indications s'accordent à 2 ou 3 °C près. Pour la fin de solidification, l'incertitude est beaucoup plus grande, la différence de pente entre BC et CD étant faible.

Mais, même avec de fortes incertitudes sur C, les résultats d'ensemble restent satisfaisants et sans ambiguïté.

## Fusion de zones

Une expérience sur la fusion de zones complète logiquement un exposé, et l'étude expérimentale d'un mélange binaire.

La figure ci-dessous représente le dispositif réalisé.



Le matériel utilisé est d'usage courant dans les laboratoires à l'exception du moteur Couzet (1 tour par heure) dont le prix d'achat est très modique (N° 82-344).

Le mélange utilisé est : naphthalène ( $F = 80^{\circ}\text{C}$ ), violet de méthyle ( $F = 193^{\circ}$ ) à 0,1 % de colorant ; on le prépare en fon-