

TECHNIQUE

MONTAGE A REFLUX



PRINCIPE

On porte à ébullition un mélange réactionnel (réactifs + solvant). Le chauffage pouvant favoriser la cinétique et la thermodynamique de la réaction. Le système est un système fermé (sans échange de matière avec l'extérieur) grâce à l'utilisation d'un réfrigérant qui condense les vapeurs de solvant.

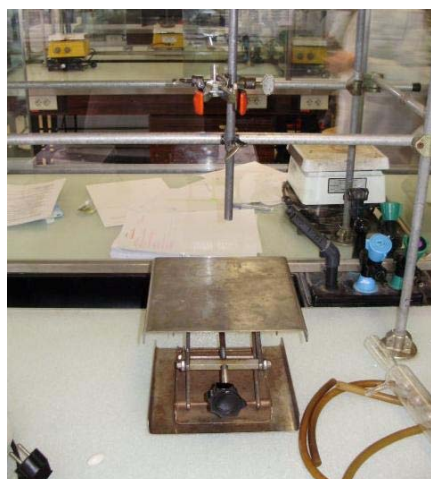
1) Les composants du montage.

Le matériel nécessaire :

- un chauffe-ballon ou une plaque chauffante, un support élévateur,
- une pince, une noix,
- une olive aimantée (ou à défaut des pierres ponce),
- de la graisse,
- un ballon à fond rond, un valet
- un réfrigérant, une potence et 2 tuyaux en feuille anglaise.



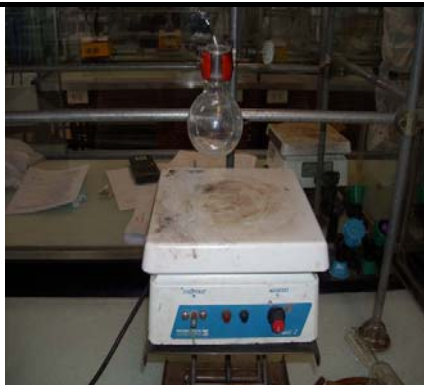
En fonction de la taille du montage à reflux on utilisera une ou deux pinces

2) Fixation de la structure du montage.

On place le support élévateur (ou « boy ») en position suffisamment **HAUTE**. Ainsi si la réaction s'emballe, on abaissera le support élévateur pour retirer la source de chaleur.

Le montage doit être réalisé près d'une source d'eau froide et d'un évier

3) La construction du montage.



UN MONTAGE EN CHIMIE ORGANIQUE SE FAIT TOUJOURS DE BAS EN HAUT.

On place la plaque chauffante sur le support élévateur, puis on la branche.

On place l'olive aimantée dans le ballon en la faisant glisser le long de la paroi.

Le ballon est fixé à l'aide de la pince et d'une noix à la potence au niveau de son rodage (partie la plus solide).

Enfin on monte la plaque chauffante jusqu'à ce qu'elle soit à peine en contact avec le ballon.

4) Graissage du rodage.



On graisse d'abord le rodage mâle du réfrigérant. (Éviter d'être trop « généreux » sinon une partie de la graisse risque de se retrouver dans la solution).

On tourne le réfrigérant dans le ballon pour homogénéiser la graisse et assurer l'étanchéité du montage

5) Fixation des tuyaux en feuille anglaise.



Il faut donc placer l'entrée d'eau **EN BAS** du réfrigérant afin que l'eau froide ait un contact maximal avec les vapeurs produites. La sortie est donc évidemment en haut du réfrigérant.

▲ Placer les tuyaux loin du chauffe-ballon ou de la plaque chauffante pour éviter qu'ils ne fondent.

6) Le montage est prêt !!!



Vérifier la verticalité du montage !

7) Introduction des réactifs et solvant dans le ballon.



Entonnoir à liquide (à gauche),
entonnoir à solide (à droite)



Pour l'introduction d'un solide, il
faut utiliser un entonnoir à solide



Pour l'introduction d'un liquide, il
faut utiliser un entonnoir à
liquide

8) Mise en route du montage à reflux.

Une fois les réactifs et le solvant introduits, on remet le réfrigérant, on ouvre le robinet d'eau.

Attention : le débit d'eau doit être faible ! Un filet d'eau suffit.

- On met en route le chauffage.
- Au bout de quelques minutes, il y aura ébullition du solvant. On commence à voir le solvant se condenser et retomber dans le ballon. Le reflux ne doit pas être trop rapide : une à deux gouttes par seconde !
- Si le reflux est trop important, cela signifie que la température est trop élevée ! Il faut alors abaisser le dispositif de chauffage

IL FAUT TOUJOURS SURVEILLER LE MONTAGE!!!

9) Fin de l'expérience.



Quand le temps de chauffage est atteint, on l'arrête.
On débranche la plaque chauffante.
On baisse le support élévateur.

On **n'arrête pas** l'eau ! Sinon des vapeurs de solvant risquent de s'échapper !

On attend que le ballon refroidisse avant de le manipuler.

10) Démontage.



On coupe l'eau.

On retire le réfrigérant que l'on pose délicatement sur la pailleasse.

On retire les tuyaux en feuille anglaise en commençant par le bas pour que l'eau puisse s'écouler.

On fait un peu de rangement et de ménage...

ET APRES ?

Il va falloir séparer les constituants du mélange réactionnel (utilisation d'une ampoule à décanter) et purifier...

ET TOUJOURS... NETTOYAGE ET RANGEMENT DU MATERIEL !!!