

Fiche 16 : Réalisation d'un reflux	Version du 02/04/2007
<p>Le reflux sert à activer thermiquement une réaction chimique. Celle-ci se fait alors à température constante, voisine de celle d'ébullition du solvant.</p> <p>Protocole</p> <ul style="list-style-type: none">• S'assurer de la propreté de la verrerie. Selon la situation : monocol, bicol (ampoule de coulée) ou tricol (ampoule de coulée + thermomètre).• Monter une pince de fixation à hauteur du col du ballon et une pince de guidage au niveau du réfrigérant.• Adapter un système de chauffage rehaussé à l'aide d'un support élévateur.• Graisser légèrement les rodages.• Régularisation de l'ébullition par ajout de quelques grains de pierre ponce ou de carborundum ou par utilisation d'un système d'agitation mécanique ou magnétique.• Afin de condenser les vapeurs de solvant, alimenter le réfrigérant en eau (débit ascendant faible).• Chauffer et régler la puissance du chauffage en fonction de la hauteur du reflux (zone de condensation des vapeurs de solvant). Dans le cas d'un reflux léger, on ne dépasse pas le col du réfrigérant. Dans le cas d'un reflux « normal », on ne dépasse en aucun cas la moitié du réfrigérant.• Laisser à reflux du solvant le temps prévu par le mode opératoire puis laisser refroidir lentement à température ambiante. <u>Ne jamais ouvrir à chaud.</u>	
<p>Remarques</p> <ul style="list-style-type: none">• Envisager la présence d'une garde desséchante (à chlorure de calcium) fixée en haut du réfrigérant.• Envisager la présence d'un piège à gaz.• Un système d'agitation spécifique (mécanique) est à envisager pour les mélanges hétérogènes.• Utilisation d'un gaz inerte : argon ou diazote utilisé en balayage, sous septum, le matériel ayant été préalablement placé à l'étuve.	