

Objectifs

- Savoir réaliser un montage à reflux.
- Justifier l'utilisation d'un montage à reflux.

1. Intérêt

- Le chauffage du milieu réactionnel, contenant le solvant, les réactifs et le catalyseur, lors d'une transformation de chimie organique permet :

- ↳ d'accélérer (ou de permettre) une réaction trop lente à température ambiante
- ↳ d'accroître la solubilité des composés dans le solvant

2. Principe

- Néanmoins, lors du chauffage du milieu réactionnel, le solvant (et éventuellement les composés dissous) s'évaporent. Boucher simplement le ballon provoquerait une surpression à l'intérieur et donc un risque d'explosion.

En adaptant un réfrigérant au dessus du système de chauffage, les vapeurs se condensent et retombent goutte à goutte dans le ballon. Le système de reflux permet donc de ne perdre ni réactifs ni produits.

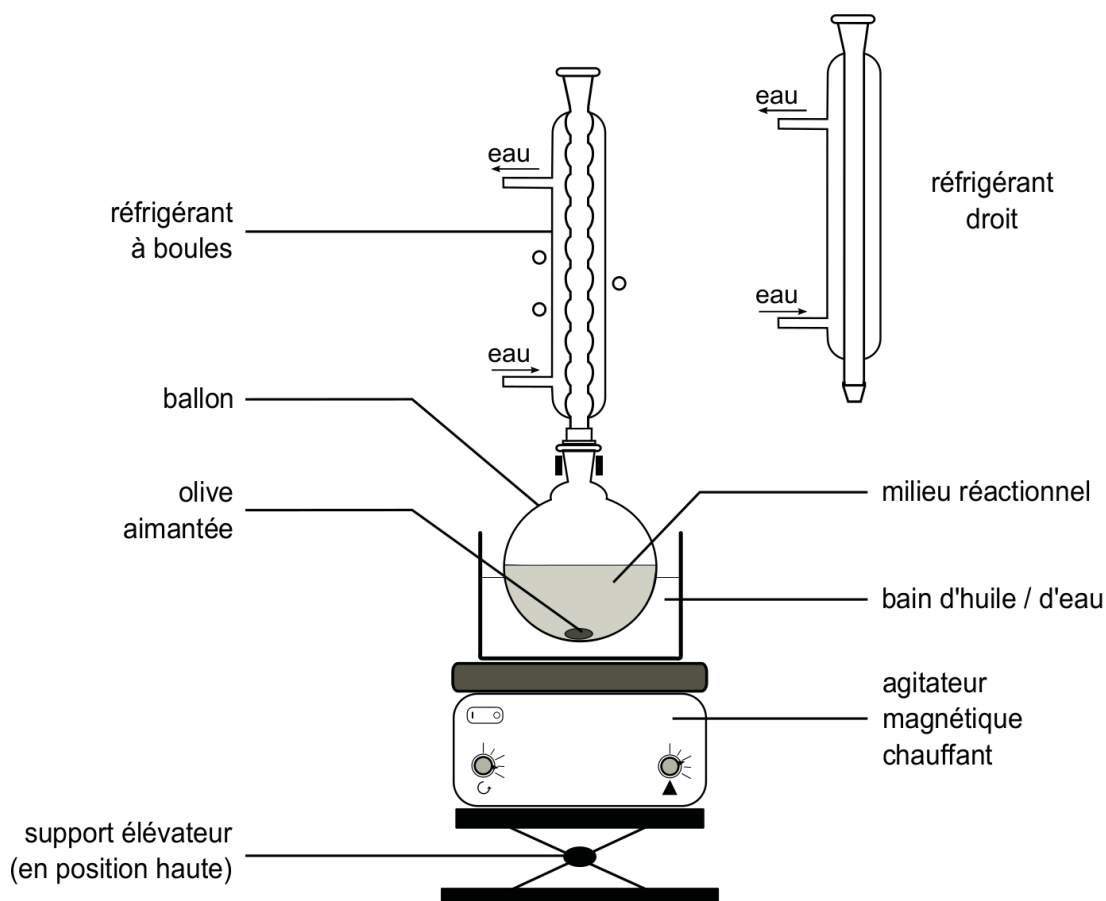
- ↳ Les « boules » du réfrigérant favorisent le refroidissement des gaz en augmentant la surface de contact entre les gaz et les parois froides.

- ↳ La température du milieu réactionnel ne peut pas excéder la température d'ébullition du solvant. Ce dernier est choisi en fonction de la solubilité des réactifs et de la température à atteindre : sa température d'ébullition doit être assez élevée pour permettre d'accélérer suffisamment la réaction sans dégrader les composés dissous.

3. Que veut dire « chauffer au reflux du solvant pendant 10 minutes » ?

Lorsqu'un mode opératoire précise de chauffer au reflux du solvant pendant 10 minutes, il faut compter les 10 minutes à partir du moment où le solvant est au reflux et non pas à partir du moment où le système de chauffage est mis en marche.

4. Montage



Montage de chauffage à reflux. ■ : Fixations fermes. ○ : Fixations lâches.

5. Conseils

- Tous les rodages sont graissés.
- Lors du chauffage à reflux, il faut agiter le milieu réactionnel.
 - ↳ Si le chauffe-ballon possède un dispositif d'agitation magnétique, on placera un aimant (appelé turbulent, ici en forme d'olive) dans le ballon.
 - ↳ Sinon, on dépose souvent quelques grains de pierre ponce (ou des billes de verre) pour réguler l'ébullition.
- Le réfrigérant doit ensuite être placé sur le ballon, bien vertical, et maintenu à l'aide d'une pince. Cette pince ne doit pas être serrée, le réfrigérant est fragile.

6. Sécurité

- Le chauffe-ballon repose sur un système élévateur en position haute afin de stopper rapidement une réaction qui s'emballerait.
- Ne jamais boucher le réfrigérant (en particulier avec un thermomètre) : cela provoquerait une surpression dans le système suivie d'une explosion.
- Ne pas laisser les tuyaux en caoutchouc du réfrigérant en contact avec la plaque chauffante car ils risquent de fondre.
- Ne pas porter de gants près de la plaque chauffante.
- Les vapeurs produites ne doivent pas dépasser le tiers du réfrigérant.