

🎯 Objectifs

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

I. Intérêt

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

♥ Chauffage à reflux

- ↳ d'accélérer (ou de permettre) une réaction trop lente à température ambiante
- ↳ d'accroître la solubilité des composés dans le solvant
- ↳ de ne pas perdre de matière par évaporation.

II. Principe Du Chauffage À Reflux

• 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.

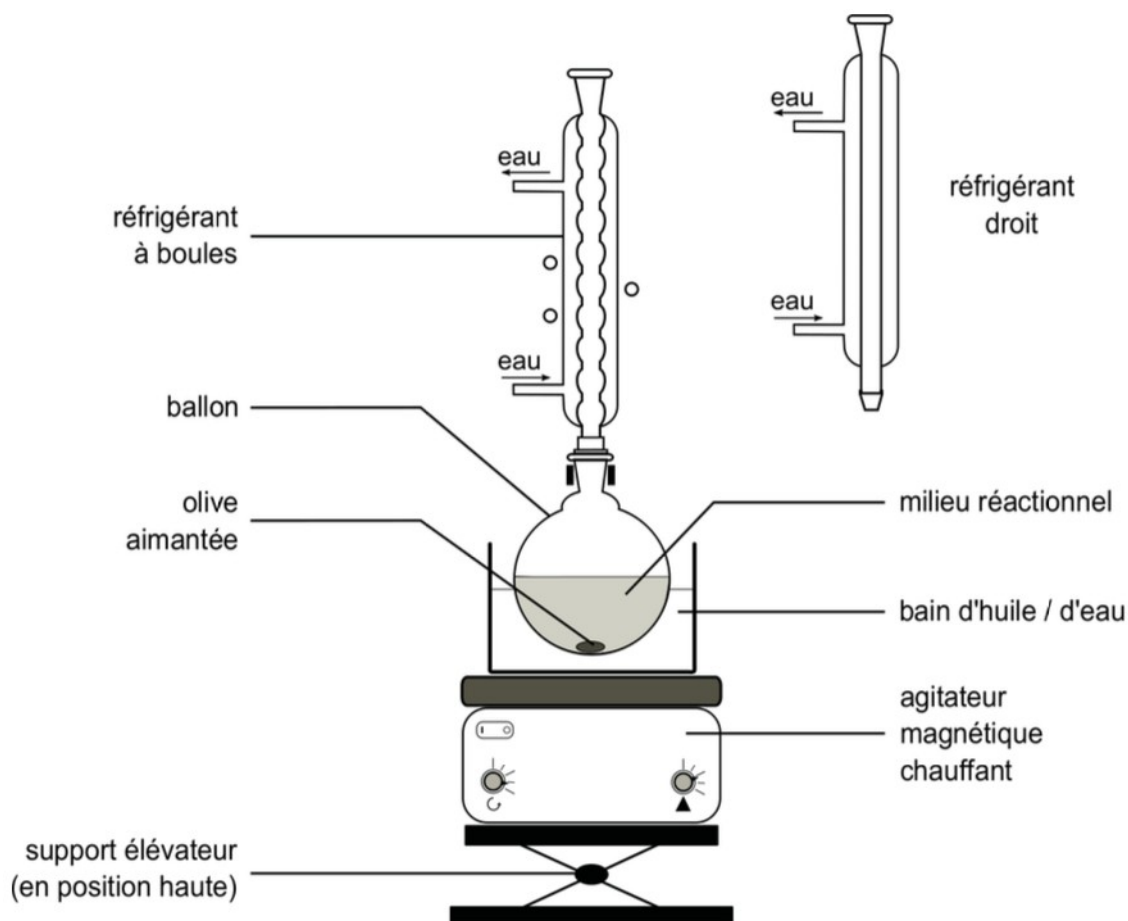
↳ Les « boules » du réfrigérant favorisent le refroidissement des gaz en augmentant la surface de contact entre les gaz et les parois froides.

↳ 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.

III. Montage Du Chauffage À Reflux

- Le mélange à faire réagir est placé dans un ballon qui est chauffé à une température suffisante pour observer l'ébullition.
- Il est surmonté d'un réfrigérant à boules dans lequel les vapeurs se condensent.
- Les vapeurs formées se condensent dans le réfrigérant et retombent dans le milieu réactionnel. Ce mouvement de montée-descente des réactifs est appelé reflux. Ainsi, il n'y a pas de perte de matière.
- De la pierre ponce ou une olive aimantée sont introduites dans le ballon afin de réguler l'ébullition et de mélanger les réactifs.
 - ↳ Des micro-bulles d'air, emprisonnées dans la pierre ponce sont relâchées pendant le chauffage et permettent de réguler l'ébullition.

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.



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

IV. 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.

V. 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.