Fiche sur la technique du montage à reflux

Publié le 04.12.02 | Par Anthony Bourgeais

Pour la grande majorité des réactions chimiques, la vitesse de réaction augmente avec la température. Il n'est cependant pas possible de travailler à des températures trop élevées sans risquer, soit de dégrader les espèces chimiques du mélange, soit de permettre des réactions chimiques indésirables. Il est alors toujours utile de pouvoir travailler à température fixe et connue. Ceci est possible tout simplement grâce à l'utilisation d'un montage à reflux, que nous allons présenter ici.

1. Introduction

Pour la grande majorité des réactions chimiques, la vitesse de réaction augmente avec la température. Il n'est cependant pas possible de travailler à des températures trop élevées sans risquer, soit de dégrader les espèces chimiques du mélange, soit de permettre des réactions chimiques indésirables.

Il est alors toujours utile de pouvoir travailler à température fixe et connue. Ceci est possible tout simplement grâce à l'utilisation d'un montage à reflux, que nous allons présenter ici.

 Sécurité.	Attention, les produits utilisés doivent être manipulés sous une hotte, avec gants et lunettes de protection.

2. Présentation du matériel

Nous avons ici besoin de ces différents éléments :

- bain d'huile,
- plaque chauffante,
- éprouvettes,
- support élévateur
- ballon de 100 mL
- réfrigérant à boule (+ tuyaux),
- potence, noix, pinces,
- pipettes pasteur, propipettes, verre à pied,
- Différents réactifs :
  - 3-méthylbutan-1-ol (alcool isoamylique),
  - acide acétique glacial (pur),
  - acide sulfurique concentré.
- quelques grains de pierre ponce.

Revenons sur quelques uns de ces éléments :

- Le chauffage obtenu à l'aide du bain d'huile et de la plaque chauffante permet un chauffage rapide et puissant, c'est pourquoi il faut éviter de le mettre à la puissance maximale.
- Le réfrigérant à eau permet la condensation des vapeurs de solvant dégagé. Afin d'augmenter la surface de contact avec les vapeurs, on utilise ici un réfrigérant à boule, plutôt qu'un réfrigérant droit.

3. Mise en place du matériel

Le ballon est fixé à l'aide d'une pince et d'une noix à la potence. Le bain d'huile et la plaque chauffante sont placés sur le support élévateur que l'on monte jusqu'à ce qu'il soit en contact avec le ballon. Le chauffage doit pouvoir être écarté du reste du montage lorsque le support est en position basse. C'est pourquoi le ballon doit être fixé à une hauteur suffisante.

Le réfrigérant est placé sur le ballon, après avoir graissé l'extrémité du haut du rodage mâle ; on place un clip entre le ballon et le réfrigérant. On place également une pince ouverte de façon à maintenir le réfrigérant vertical.

Le réfrigérant est alimenté en eau par le bas, l'évacuation se faisant par le haut. Deux raisons à cela :

- Il n'est pas possible de remplir correctement le réfrigérant par le haut.
- Par ce moyen, l'eau froide entre en contact avec la portion la plus chaude, et donc permet une meilleure condensation des vapeurs.

On ne doit absolument pas placer de bouchon à l'extrémité du réfrigérant. En effet si le système est fermé l'ébullition du solvant provoque une surpression dans le système, ce qui doit être évité.

4. Réalisation de l'expérience

On va s'intéresser à présent à la mise en place des réactifs dans le ballon et à la synthèse d'un ester odorant : l'acétate de 3-méthylbutyle ou acétate d'isoamyle, qui est un arôme alimentaire à odeur et saveur de banane.

Cette synthèse a pour équation :

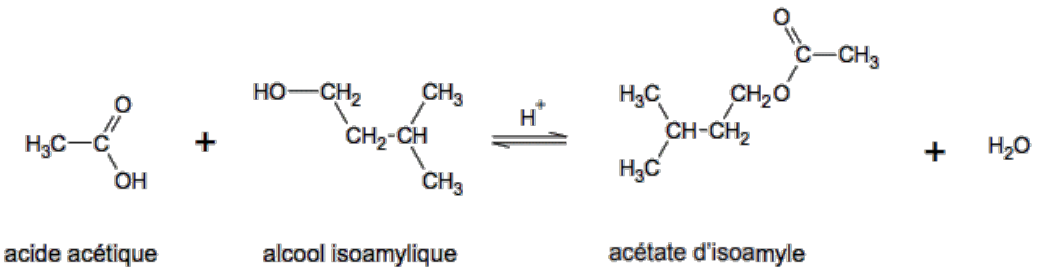


Figure 1 - Equation de la synthèse de l'acétate d'isoamyle

Dans un premier temps on s'intéresse à mettre en place les différents réactifs et le catalyseur dans le ballon.

Pour cela il faut enlever le ballon du montage en s'assurant que le réfrigérant est bien maintenu, et le poser sur un valet sous la hotte. Dans le ballon de 100mL, qui ne doit jamais contenir plus de la moitié de son volume en liquide, on va introduire successivement, à l'aide d'éprouvettes graduées :

- environ 15 mL de 3-méthylbutan-1ol (alcool isoamylique),
- environ 22 mL d'acide acétique glacial (pur).

Pour effectuer ceci, il faut absolument mettre des lunettes et des gants, ainsi que se placer sous la hotte car l'acide acétique pur peut provoquer de graves brûlures, comme tout acide concentré et qu'il est nocif par inhalation tout comme l'alcool isoamylique.

On procéde à présent à l'introduction de ces réactifs. On ajoute ensuite avec précaution et en ayant des lunettes et des gants de protection quelques gouttes d'acide sulfurique concentré (environ 15 gouttes) à l'aide d'une pipette pasteur puis quelques grains de pierre ponce.

On replace alors le ballon dans le montage en l'attachant avec un clip au réfrigérant, et on desserre les pinces qui maintiennent le réfrigérant. On vérifie que l'eau froide circule bien dans le réfrigérant, on monte le bain d'huile et on règle la température de chauffage vers 150 - 200 °C.

On maintiendra une ébullition douce pendant environ 20 minutes. Nous allons à présent observer et voir le principe du montage à reflux.

Au cours de cette synthèse, on observe une ébullition du mélange réactionnel. On constate qu'il y a formation d'un condensat sur les parois froides du bas du réfrigérant et que des gouttes de liquide tombent régulièrement du réfrigérant dans le mélange. Au vu de ces observations, on peut facilement comprendre le rôle du réfrigérant.

Les vapeurs des réactifs et des produits ou du solvant, présents dans le mélange réactionnel en ébullition, se forment et s'élèvent dans le réfrigérant. Les parois du réfrigérant étant maintenues froides, à une température très inférieure à la température d'ébullition des réactifs et des produits, ceux-ci se condensent (c'est à dire passent de l'état vapeur à l'état liquide) et retournent dans le milieu réactionnel.

Tableau recensant les températures d'ébullition des réactifs et produits

Espèce chimique	Température d'ébullition (en °C)
Acide acétique	118
3-méthylbutan-1ol	130
Acétate de 3-méthylbuthyle	142
Eau	100

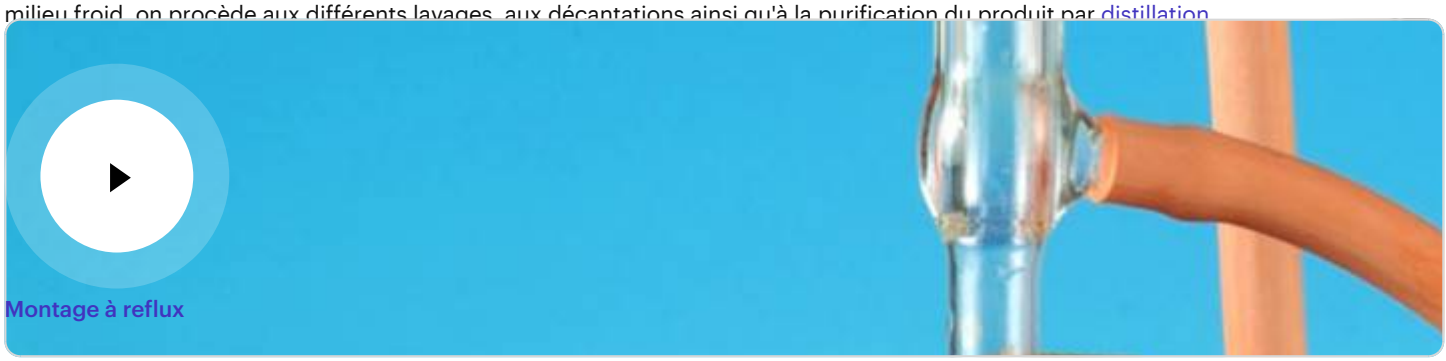
Le **reflux** est donc par définition l'état d'équilibre thermique obtenu lorsque le mélange réactionnel est à ébullition et que les vapeurs dégagées se condensent sur les parois froides du réfrigérant et retournent dans le mélange réactionnel. De cette manière, il n'y a pas de perte de matière.

Pourquoi dans ce cas ne bouche-t-on pas le haut du réfrigérant ce qui empêcherait toute perte de matière ?

Le réfrigérant doit absolument rester ouvert à son extrémité pour éviter les surpressions, et cela permet aussi de travailler à pression constante.

On a également ajouté des pierres ponces, mais à quoi servent-elles ? Elles permettent de réguler l'ébullition en favorisant la formation des bulles de gaz au sein du liquide. Elles empêchent ainsi les phénomènes de retard à l'ébullition.

Le mélange réactionnel ayant été porté à ébullition durant environ 20 minutes, on arrête le chauffage, on enlève le chauffe ballon en abaissant l'élévateur, et en n'oubliant pas de retirer les gants en latex. On n'interrompt cependant pas le débit d'eau dans le réfrigérant avant que le mélange réactionnel soit froid, pour éviter le dégagement de vapeurs dans l'atmosphère. Une fois le milieu froid, on procède aux différents lavages, aux décantations ainsi qu'à la purification du produit par distillation.



Montage à reflux

5. Conclusion

Quel est finalement l'intérêt du chauffage à reflux pour cette synthèse ?

A température ordinaire, bon nombre de transformations s'avèrent lentes, et en particulier l'estérification. Afin d'augmenter leur vitesse, on peut jouer sur la température du milieu réactionnel en l'augmentant. Ce n'est certes pas le seul moyen à notre disposition (on peut par exemple utiliser l'acide sulfurique comme catalyseur pour les transformations d'estérification).

CRÉDITS

AUTEUR(S)/AUTRICE(S)

Anthony Bourgeais

Professeur agrégé de chimie

RELECTURE SCIENTIFIQUE

Jean-Bernard Baudin

Professeur à l'Ecole Normale Supérieure

MISE EN LIGNE

Edith Thummen

Professeure agrégée de chimie, conceptrice et responsable éditoriale du site CultureSciences-Chimie de 2002 à 2004 en collaboration avec D. Jaouen et J.B. Baudin, et avec le soutien des membres du département de chimie de l'ENS. Enseignante en CPGE depuis 2004.