

Montages à reflux et de distillation

1) Points communs

La philosophie de ce genre de montage est de commencer par placer le ballon avec rien dessus rien dessous, tout le reste se construisant autour. La pince qui tient le ballon est donc la plus importante, c'est elle qui sécurise le montage.

Il faut qu'elle soit à mâchoires plates et de largeur adaptée à celle du col du ballon. On la positionne juste sous le rebord du col, ce qui permet d'éviter de serrer à fond.

On choisit une bonne hauteur afin que le chauffe ballon soit en contact avec le ballon grâce au support élévateur en position « ouverte » (car redescendre rapidement le chauffe ballon et le seul moyen de cesser rapidement de chauffer).

Le clip plastique entre le ballon et ce qui suit (reflux, tête, colonne...) est totalement inutile et peut poser problèmes :

- sa présence pourra masquer des contraintes fortes du montage qui pourrait alors casser quand il est bien chaud...
- il peut fondre si la température des vapeurs qui passent à l'intérieur du montage à son niveau est trop élevée.

Donc : pas de clip tant qu'on n'a pas passé la zone de réfrigération.

Alimentation en eau : les tuyaux doivent passer derrière les potences afin de ne pas gêner (on évite de les avoir dans les mains ou de les coincer dans l'élévateur)

Graissage : On graisse toujours la partie mâle, ainsi lorsque les deux pièces sont ajustées, le surplus de graisse est évacué à l'extérieur du montage. On reconnaît deux pièces de verrerie bien ajustées et graissées à leur aspect translucide (apparitions de sortes de petites veines si mal ajusté, aspect franchement opaque si non graissé).

2) Spécificités reflux

La deuxième pince ? Au milieu du réfrigérant, mais pas serrée parce que le montage n'a pas vraiment besoin de cette pince pour tenir et pour que l'on puisse éventuellement agiter le montage en le tenant par le haut du réfrigérant et en le faisant tourner délicatement (on n'a pas toujours à disposition un chauffe-ballon agitant...).

Circulation de l'eau de refroidissement :

- entrée en bas sortie en haut (pour que la double enveloppe soit remplie, même avec un petit débit.
- Le débit peut être faible du moment que les vapeurs ne montent pas plus haut qu'un tiers de la colonne réfrigérante.

3) Spécificités distillation

Que l'on mette directement la tête (hydrodistillation) ou que l'on intercale une colonne (distillation fractionnée ou rectification), pas de pince dans la zone verticale, juste une deuxième pince à peu près au niveau du milieu du réfrigérant incliné. Pour ce qui concerne cette pince-là, il est judicieux de choisir un modèle pour lequel une seule mâchoire bouge quand on serre ou desserre, ce qui permet de positionner et de serrer sans déplacer et contraindre l'ensemble :

- on positionne au mieux la pince, légèrement tournée (suivant l'inclinaison du réfrigérant) et mâchoire immobile en bas, ainsi on trouve la bonne position : réfrigérant bien posé, aucune pièce en train de se soulever ou de se détacher, ensemble ballon colonne tête thermomètre bien vertical, ensemble du montage dans un seul plan vertical, si possible dans la direction de la pailleasse...
- On serre et on voit la mâchoire mobile descendre sans que la mâchoire inférieure ne bouge, la position idéale mise en place précédemment est maintenant sécurisée sans avoir été modifiée.

Le clip : si on est équipé d'allonge de recette coudée, fixée à la sortie du réfrigérant, il faut clipper...

Il faut clipper tout ce qui vient après le réfrigérant et ne rien clipper avant (chaleur, contraintes) et donc se débrouiller à réussir le montage avec deux pinces et zéro clip.

Pour le positionnement de la recette, si ce n'est pas un ballon clippé à l'allonge, c'est forcément un erlenmeyer, une éprouvette ou un bécher placé sous la sortie du réfrigérant... C'est à qui se débrouille le mieux...

Remarque : penser à orienter le montage vers le robinet afin que les tuyaux de circulation d'eau de refroidissement (toujours entrant par le bas et sortant par le haut du réfrigérant) ne soient pas trop tendus.

Filtration sous pression réduite (avec entonnoir Büchner)

Le montage doit être sécurisé, c'est-à-dire qu'une pince à 4 doigts tient la fiole à vide. Il va arriver que des élèves défassent cette pince pour vider la fiole. Il faudra alors être très précautionneux, car le tuyau menant à la trompe à eau étant très rigide, il oblige à des mouvements contraignants. Penser alors à bien tenir la fiole et ne la lâcher que lorsqu'elle est de nouveau correctement tenue par la pince.

Le filtre adapté est imbibé (du même solvant que celui du milieu à filtrer) et le robinet est ouvert afin de bien plaquer le filtre et de vérifier qu'il n'y a pas de fuites.

On verse le contenu à filtrer (Il y a des techniques pour verser avec délicatesse et précision à l'aide d'une tige en verre, je pense que dans un lycée général, on va les passer sous silence...).

Nos montages ne disposant pas de récipient de garde entre la fiole et la trompe à eau, il y a possibilité d'arrivée d'eau dans la fiole, ce qui peut être gênant si nous cherchons à récupérer le filtrat (ce n'est certes pas le cas le plus courant...). Il faut donc veiller au bon ordre des gestes lorsque nous souhaitons « couper le vide » (fermer le robinet alimentant la trompe à eau), soit parce que nous souhaitons laver notre gâteau, soit parce que nous avons terminé. Exemple du lavage :

- La filtration vient de se terminer, on soulève en force l'entonnoir (à priori en le tenant par le bouchon), le montage s'ouvre et n'est plus sous pression réduite.
- On ferme le robinet.
- On repositionne l'entonnoir.
- On verse dessus la solution lavante de manière à recouvrir le gâteau ou selon la quantité indiquée.
- On touille délicatement l'ensemble avec un instrument ne risquant pas de déchirer le filtre (l'idéal serait d'avoir des tiges en verre à l'extrémité desquelles on a adapté une petite palette en caoutchouc assez souple)
- On « remet le vide » (on ouvre le robinet).
- Ainsi de suite...

Contrôle de la qualité d'un lavage (pour savoir s'il faut continuer ou si on peut passer à l'étape suivante) : en soulevant l'entonnoir et en testant les dernières gouttes qui s'en écoulent (par exemple en vérifiant que le pH de l'eau de lavage est le même que celui de l'eau versée pour ce lavage).

Fin de la dernière filtration : on peut essorer le gâteau, c'est-à-dire appuyer dessus avec un instrument lourd, plat et de contour arrondi afin de s'adapter à la forme de l'entonnoir. L'objet officiel s'appelle un tapon, mais on peut procéder avec un fond de bécher (attention à ne pas appuyer trop fort et se blesser en cassant le bécher).

Séchage d'un solide sur papier filtre

Cette opération suit en général la filtration.

- Le solide et le filtre qui va avec sont renversés sur une grande feuille de papier filtre (oui, une entière ! 60*40 !).
- Toutes les opérations vont se faire avec une spatule, impérativement avec la palette rectangulaire allongée, qui seule permet de pousser, de racler et de trancher correctement.
- On racle au maximum le solide se trouvant encore collé au filtre.
- On regroupe tout le solide sur une zone de la feuille.
- On le divise (on tranche dans au moins deux directions).
- On replie dessus la feuille et on appuie fortement. L'humidité est alors absorbée par la feuille et se voit.
- On déplace le solide vers une zone sèche et on recommence... jusqu'à ce que, après avoir appuyé, on ne voit plus de trace d'eau absorbée par le papier.

Ce séchage n'est pas parfait, il faudrait le prolonger par un séchage à l'étuve avec pesées jusqu'à masse constante, mais s'il est correctement réalisé, il convient notamment pour des analyses ultérieures basiques (chromatographie sur couche mince, mesure de point de fusion).