

LE ROTAVAPOR

En fin de synthèse organique, il est fréquent que le produit d'intérêt (PI) soit dissous dans un solvant relativement volatil. Ce mélange sera appelé ci-dessous le mélange solvant/PI.

Pour isoler le produit d'intérêt il faut donc éliminer ce solvant. Le rotavapor est l'instrument le plus efficace. Voir photos page suivante.

Principe : Le mélange solvant /PI est mis dans un ballon ovoïde en rotation dans un bain thermostaté (bain Marie, ie de l'eau => T réglable <100°C). Le système maintenue à une température modeste, est soumis à une pression réduite (par branchement d'une pompe à vide, ou d'une trompe à vide) . Le solvant , plus volatil que le produit d'intérêt, est donc évaporé . Au contact d'un tube réfrigérant (circulation d'eau) en double hélice en général, les vapeurs du solvant sont condensées très efficacement, et le solvant récupéré dans un ballon prévu à cet effet. La fin de la distillation est visualisée par un arrêt de l'écoulement du solvant dans ce ballon.

Le produit d'intérêt est resté (liquide ou solide) dans le ballon du rotavapor. **Ce produit est BRUT** : il faudra le purifier ultérieurement. Seul le solvant est éliminé, pas les impuretés.

Mise en œuvre expérimentale :

1°) Sécher la phase organique du brut réactionnel à l'aide de sulfate de magnésium anhydre (par effet d'azéotrope, l'eau peut gêner la distillation)

2°) Tarer le ballon ovoïde d'extraction. Y verser le brut réactionnel asséché.

3°) Fixer le ballon sur le rotavapor. Puis DANS L'ORDRE :

- a- Mettre en route la circulation d'eau pour la réfrigération.
- b- Baisser le ballon dans le bain thermostaté.
- c- Mettre en route la rotation (but : homogénéiser la température du mélange, augmenter la surface de contact avec le vide).
- d- Mettre en route le système de création de pression réduite.
- e- Fermer l'orifice de mise en pression atmosphérique => le vide se fait dans l'appareil.

- *Laisser la distillation sous vide se produire. Surveiller l'écoulement du solvant.*
- *Lorsque le solvant a fini de couler, opérer dans l'ordre inverse les étapes e à a soit :*

- f = e⁻¹- Ouvrir délicatement l'orifice de mise en pression atmosphérique => le vide disparaît.
- g = d⁻¹- Éteindre le système de création de pression réduite.
- h = c⁻¹- Arrêter la rotation du rotavapor
- i = b⁻¹- Remonter le ballon hors du bain thermostaté
- j = a⁻¹- Stopper la circulation d'eau

4°) Le Graal est atteint : démonter le ballon ovoïde , le peser pour déterminer le rendement en produit d'intérêt brut.

5°) Récupérer le produit pour procéder à sa première identification (T_{fusion} , IR, CCM) .

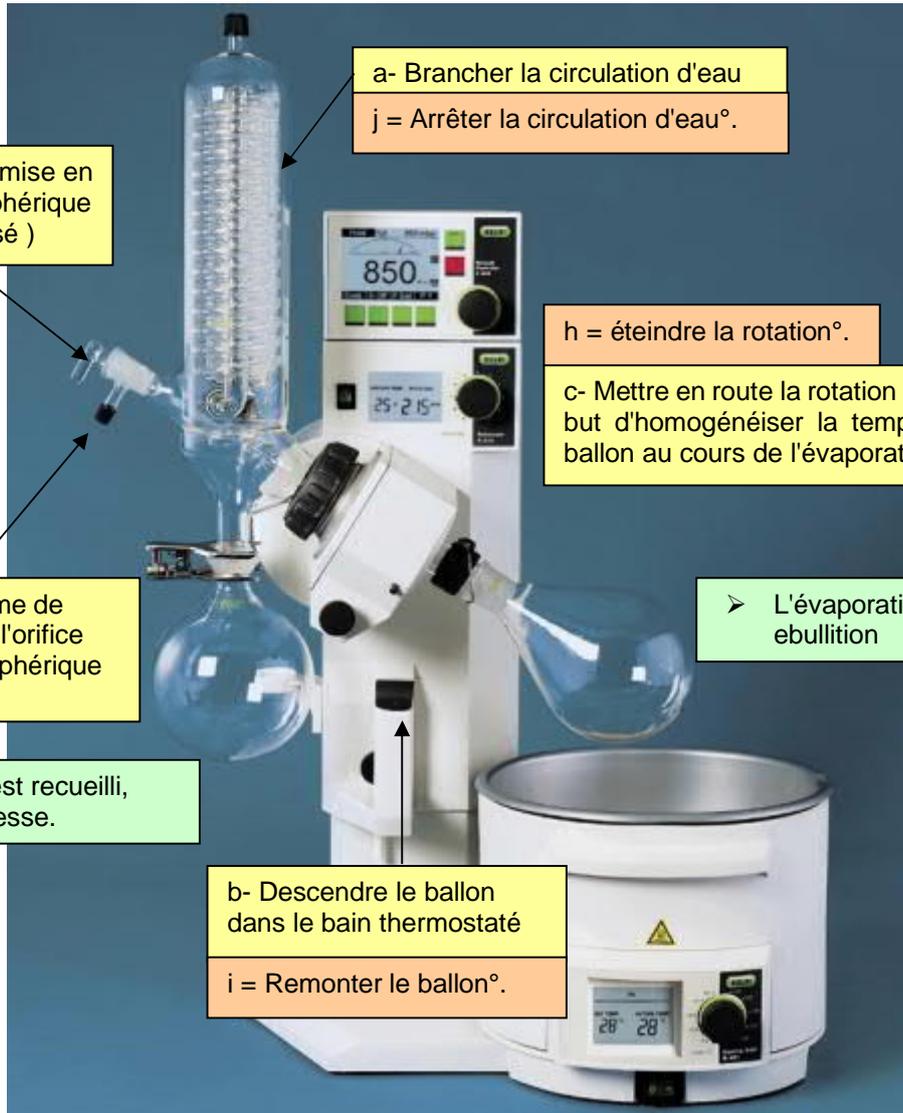
6°) Procéder à sa purification (recristallisation ou distillation) . Il est rare que le produit obtenu ainsi soit destiné à une distillation. En effet, s'il supporte une distillation, il est plus protique d'éliminer directement le solvant par le montage de distillation, distillation poursuivie ensuite pour purifier le produit.

Remarque concours : Aux CCP, on ne vous laisse pas manipuler le rotavapor (objet CHER et FRAGILE) . Vous accompagnez le jury en lui expliquant le principe et le fonctionnement de l'appareil alors qu'il officie sous vos "ordres"... Donc connaître parfaitement l'ordre des opérations à effectuer.

Fond jaune : la mise en route dans l'ordre a,b,c,d,e

Fond vert : l'attente de l'évaporation

Fond orangé : l'arrêt dans l'ordre inverse f,g,h,i,j



Il existe des rotavapors, comme au lycée, dont le système réfrigérant à double hélice de circulation d'eau, est incliné... le principe est le même, exactement !

