

Le refroidissement

Lors de certaines manipulations, il est nécessaire d'opérer à des températures négatives. Si certains bains peuvent être préparés dans un simple cristalliseur, en revanche, lorsqu'il faut maintenir le froid pendant plusieurs heures, on utilisera un vase Dewar (type thermos). Généralement, on utilise un bain plus froid que la température désirée et on ajuste la température en jouant sur la hauteur du ballon dans le bain.

Comme le refroidissement provoque une dépression dans le montage, pour éviter une entrée d'eau ou d'oxygène (de l'air atmosphérique) dans le système, on place le montage sous gaz inerte.

Mélange	Température minimale (°C)
Glace	0
1 partie H ₂ O + 2.5 partie de CaCl ₂ .6H ₂ O	-10
4 parties H ₂ O + 1 partie KCl	-12
1 partie H ₂ O + 1 partie NH ₄ Cl	-15
Etylène glycol + carboglace	-15
3 partie de glace broyée + 1 partie NaCl	-21
1 partie H ₂ O + 1 partie NaNO ₃ + 1 partie NH ₄ Cl	-24
1.2 partie de glace broyée + 2 partie CaCl ₂ .6H ₂ O	-39
Acétonitrile + carboglace	-40
1.4 partie de glace broyée + 2 partie CaCl ₂ .6H ₂ O	-55
Ethanol + carboglace	-72
Acétone + carboglace	-77
Ether + carboglace	-100

Lorsque c'est possible (et si on ne dispose plus de carboglace...), il peut-être intéressant d'utiliser des mélanges réfrigérant à base d'azote liquide. Une vaste gamme de températures est alors accessible :

Solvant	Température (°C)
<i>p</i> -Xylène	13 ± 1
<i>p</i> -Dioxane	12
Cyclohexane	6
Benzène	5
Formamide	2
Aniline	-6
Diéthylène glycol	-10
Cycloheptane	-12
Benzoate de méthyle	-12
Benzonitrile	-13
Alcool benzylique	-15
Alcool propargylique	-17
1,2-Dichlorobenzène	-18
Tétrachloroéthylène	-22
Tétrachlorure de carbone	-23
1,3-Dichlorobenzène	-25
Nitrométhane	-29
<i>o</i> -Xylène	-29
Bromobenzène	-30
Iodobenzène	-31
<i>m</i> -Toluidine	-32
Thiophène	-38
Acétonitrile	-41
Pyridine	-42
Bromure de benzyle	-43
Chlorure de cyclohexyle	-44
Chlorobenzène	-45
<i>m</i> -Xylène	-47

Solvant	Température (°C)
Acétate d'éthyle	-84
Bromure de <i>n</i> -hexyle	-85
Méthyl éthylcétone	-86
Acroléine	-88
Bromure d'amyle	-88
<i>n</i> -Butanol	-89
<i>s</i> -Butanol	-89
Alcool isopropylique	-89
Nitroéthane	-90
Heptane	-91
Acétate de <i>n</i> -propyle	-92
2-Nitropropane	-93
Cyclopentane	-93
Ethylbenzène	-94
Hexane	-94
Toluène	-95
Cumène	-97
Méthanol	-98
Acétate de méthyle	-98
Acétate d'isobutyle	-99
Chlorure d'amyle	-99
Butyraldéhyde	-99
Iodure de propyle	-101
Iodure de butyle	-103
Cyclohexène	-104
<i>s</i> -Butyl-amine	-105
Isooctane	-107
1-Nitropropane	-108

<i>n</i> -Butyl-amine	-50	Iodure d'éthyle	-109
Acétate de benzyle	-52	Bromure de propyle	-110
<i>n</i> -Octane	-56	Sulfure de carbone	-110
Chloroforme	-63	Bromure de butyle	-112
Iodure de méthyle	-66	Ethanol	-116
<i>tert</i> -Butyl-amine	-68	Alcool isoamylique	-117
Trichloroéthylène	-73	Bromure d'éthyle	-119
Acétate d'isopropyle	-73	Chlorure de propyle	-123
<i>o</i> -Cymène	-74	Chlorure de butyle	-123
<i>p</i> -Cymène	-74	Acétaldéhyde	-124
Acétate de butyle	-77	Méthylcyclohexane	-126
Acétate d'isoamyle	-79	<i>n</i> -Propanol	-127
Acrylonitrile	-82	<i>n</i> -Pentane	-131
Chlorure de <i>n</i> -hékyle	-83	1,5-Hexadiène	-141
Propylamine	-83	<i>Iso</i> -Pentane	-160

Lorsqu'on en a les moyens, il existe aussi des cryostats qui permettent de maintenir sur de longues périodes des températures négatives, réglables par thermostat.

On utilise également les très basses températures dans des pièges pour protéger des pompes à vide par exemple.

En effet, à la température de l'azote liquide (-190°C), la plupart des composés sont soit liquides soit solides, et il restent alors piégés.

On placera toujours le piège (en verre et à température ambiante) dans l'azote liquide doucement pour éviter le bris du verre.

On n'aspirera jamais d'air à travers à piège refroidi à l'azote liquide puisqu'à cette température, il est possible de liquéfier l'oxygène de l'air en une solution bleutée pouvant mener à une explosion.

Si une telle solution bleutée se trouve dans votre piège, enlever calmement le Dewar contenant l'azote liquide sans choc et quitter la pièce. En se réchauffant, l'oxygène passera à l'état gazeux et s'échappera...