

# TP - Techniques

## *Vaisselle et nettoyage*

Il faut contrôler l'état de la verrerie et sa propreté : le lavage par un détergent (liquide vaisselle !) puis à l'acétone est en général suffisant. En cas de dépôts persistants, on peut essayer l'acide chlorhydrique ou différents oxydants (voir ci-dessous). Dans ce dernier cas, il faut au préalable rincer la verrerie à l'eau pour éliminer tout reste d'alcool ou d'acétone de lavage : ils pourraient conduire à une oxydation violente. Il faut en général éviter de laver la verrerie à la soude concentrée qui a tendance à attaquer les verres. Il en est de même pour les frittés. Pour terminer, rincer à l'eau puis à l'acétone et sécher (à l'air, à l'étuve ou par un courant d'air comprimé).

## *Solutions de nettoyage :*

PORTER DES GANTS ET DES LUNETTES. MANIPULER SOUS HOTTE.

- *eau régale* : mélanger 3 volumes d'une solution d'acide chlorhydrique concentrée (35 %) avec 1 volume d'acide nitrique fumant. Très efficace pour éliminer les dépôts métalliques (attention aux objets précieux).

- *eau oxygénée acide* : mélanger 1 volume d'une solution de peroxyde d'hydrogène à 30 % et 1 volume d'une solution d'acide sulfurique concentré (95 %). A préparer immédiatement avant usage ET NE PAS CONSERVER (risques d'explosion).

- *mélange sulfochromique* : dissoudre 3 à 5 g de bichromate de sodium dans 5 cm<sup>3</sup> d'eau. Ajouter avec précaution 100 cm<sup>3</sup> d'H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré (NB : la dissolution étant fortement exothermique, il convient d'utiliser un récipient en Pyrex). Après refroidissement, la solution est conservée en flacon rodé et **doit être manipulée avec parcimonie** en raison de la toxicité des sels de chromes. Cette solution visqueuse de couleur marron vire au vert lorsqu'elle perd son pouvoir oxydant (formation de sels de chrome(III)).

## *Agitation*

On utilise deux modes principaux d'agitation : l'agitation magnétique et l'agitation mécanique. L'agitation mécanique est préférable pour les grosses quantités, pour les solutions visqueuses ou pour les mélanges risquant de prendre en masse.

## *Chauffage*

Le chauffage est le plus souvent assuré par un bain d'eau ou d'huile. Pour atteindre de très hautes températures, on utilise des bains métalliques (attention à la toxicité des métaux lourds).

Il est recommandé de contrôler la température réelle du ballon à l'aide d'un thermomètre, précaution cependant inutile dans le cas de manipulation au reflux du solvant. Pour les reflux, il est préférable d'ajuster le niveau du bain légèrement au-dessous de celui du solvant.

S'assurer qu'aucune surpression ne risque de s'établir dans le montage.

Bain chauffant	Domaine de température (°C)
eau	0-80
huile de paraffine	0-150
huile de silicone	0-250
Glycérol	0-260
bain métallique (alliage de différents métaux lourds : Bi, Pb, Sn...)	70-350 (solides au-dessous de 70 °C)

### ***Refroidissement***

Selon la température souhaitée, différents bains refroidissants sont envisageables (voir tableau ci-après). La plupart de ces bains peuvent être préparés en cristalliseur de verre si la température ne doit pas être maintenue plus de quelques heures. On peut alors utiliser une agitation magnétique. Pour le bain d'azote, ou pour les autres bains si l'on veut maintenir la température une nuit ou plus, il faut utiliser un Dewar (récipient de type "thermos") : il est alors nécessaire de substituer une agitation mécanique à l'agitation magnétique.

On utilise en général un bain plus froid que la température désirée. On contrôle la température du mélange réactionnel au moyen d'un thermomètre et on l'ajuste en jouant sur la hauteur du ballon dans le bain froid.

Le refroidissement provoque une dépression dans le montage : afin d'éviter toute entrée de vapeur d'eau atmosphérique ou d'oxygène, on relie le montage à une source de gaz inerte (rampe ou ballon de baudruche).

Bain froid	Température (°C)
glace	0
glace-CaCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O (1-2,5)	- 10
Ethylène glycol-carboglance	- 15
glace-NaCl (1-3)	- 20
glace-CaCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O (1-0,8)	- 40
Acétonitrile-carboglance	- 40
Ethanol-carboglance	- 72
Acétone-carboglance	-78
Toluène-azote liquide	- 95
Ether-carboglance	- 100
azote liquide	- 200

## ***Manipulation en atmosphère inerte***

La manipulation de certains composés sensibles à l'oxygène ou à la vapeur d'eau atmosphérique doit se faire en atmosphère inerte. L'argon, plus lourd que l'air, constitue une barrière plus efficace contre l'atmosphère extérieure que l'azote qui est cependant beaucoup moins cher. L'azote a par ailleurs l'inconvénient d'être moins sec et il peut être nécessaire de le faire passer à travers un desséchant (colonne contenant du  $\text{CaCl}_2$  ou solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentré) pour travailler en conditions strictement anhydres.

Pour opérer sous atmosphère d'argon ou d'azote, on utilise des schlenck : ce sont des récipients munis d'un robinet. A défaut, l'alimentation en gaz inerte peut être assurée par une aiguille d'acier piquée dans un septum. La source de gaz peut être, soit un ballon de baudruche gonflé au gaz inerte, soit une bouteille de gaz, le plus souvent reliée par le biais d'une rampe. Les solvants sont systématiquement désoxygénés (barbotage de gaz inerte ou passages successifs sous vide et sous gaz inerte) et on les transvase *via* des canules d'acier en établissant une légère surpression. On peut se confectionner une cloche à gaz inerte en habillant un entonnoir d'une jupe transparente (sac en plastique par exemple) et travailler "sous cile de gaz inerte".

On peut réaliser les manipulations délicates dans une boîte à gants : on effectue alors toutes les opérations (pesée, mise en solution...) en atmosphère inerte. Il existe des boîtes à gants légères (Atmosbag<sup>®</sup>) disponibles chez Aldrich auprès de qui on peut trouver des fiches techniques concernant ce type de manipulations.

## ***Suivi de la manipulation***

On doit toujours essayer de **suivre l'avancement d'une réaction**. On prélève régulièrement des échantillons dans le milieu réactionnel qu'on analyse par chromatographie couche mince, chromatographie en phase vapeur, ou éventuellement si le solvant le permet, par RMN (par exemple pour les réactions dans  $\text{CCl}_4$ ).

## Chromatographie sur couche mince

La chromatographie sur couche mince (CCM) est une technique d'analyse extrêmement utile. On l'utilise en général pour suivre l'avancement de réactions, connaître la composition de fractions séparées sur colonne ou visualiser la pureté des produits vieillissants.

### *Conseils de réalisation*

Il existe différentes sortes de plaques et d'adsorbants. Parmi les plaques commerciales, certaines sont traitées par une substance fluorescente qui permet la révélation en UV. Les adsorbants peuvent être : les gels de silice, ce sont de loin les plus courants ; l'alumine, fréquemment utilisée pour l'analyse de substances basiques. L'adsorbant peut être déposé sur différents supports : plaque d'aluminium, de plastique ou de verre.

Les plaques utilisées pour les expériences décrites dans cet ouvrage sont du type Merck Kieselgel 60F<sub>254</sub>.

**Prélèvement d'échantillons** : pour suivre une réaction, prélever une petite quantité du mélange réactionnel à l'aide d'un capillaire ou d'une pipette Pasteur. S'il le faut, l'hydrolyser.

**Dépôt sur la plaque** : dans le cas où on utilise un adsorbant sur plaque d'aluminium ou de plastique, découper les coins de la plaque qui tremperont dans l'éluant. A 1 cm du bas de la plaque, tirer un trait au crayon à papier. Déposer sur ce trait une goutte du produit à analyser à l'aide d'un capillaire ; sécher le dépôt ; ne pas effectuer le dépôt trop près des bords. On peut déposer plusieurs échantillons sur une même plaque : dans ce cas, les aligner en les écartant de 0,5 cm horizontalement. Vérifier si possible à l'UV que la quantité déposée permet le contrôle de la migration. Si trop peu de produit a été déposé, on peut, après avoir bien séché le premier dépôt, en effectuer un second par-dessus, et ce jusqu'à ce qu'on estime la quantité de produit suffisante.

**Migration** : préparer une cuve fermée (on utilise souvent un pot de confiture) avec de l'éluant. L'atmosphère de la cuve doit être saturée en vapeurs d'éluant : pour cela tapisser les parois de la cuve avec de l'essuie-tout ou un buvard imbibé d'éluant.

Déposer la plaque dans la cuve ainsi préparée. L'éluant ne doit pas être en contact avec la tache de produit. Laisser migrer couvercle fermé, en évitant tout choc ou déplacement de la cuve. Arrêter la migration aux 4/5<sup>èmes</sup> de la plaque, sortir la plaque, marquer le front du solvant et laisser sécher.

Le rapport des hauteurs de migration du composé et du front de l'éluant est appelé rapport frontal, noté Rf. L'éluant doit être choisi de telle sorte que produits et réactifs aient des Rf différents, afin de pouvoir les distinguer sur plaque.

**Choix de l'éluant** : <sup>[1]</sup> Le pouvoir éluant d'un solvant est sa capacité à entraîner des substances polaires retenues par l'adsorbant. Plus le solvant est polaire, plus il entraînera facilement les substances polaires : en effet, il aura tendance à entrer en compétition avec la substance pour occuper les sites d'adsorption de la phase fixe et donc à entraîner sa désorption partielle (ce phénomène s'appelle le déplacement). Dans le cas de d'éluants très peu polaires n'entrant pas en compétition pour les sites d'adsorption, la migration résulte d'un équilibre entre dissolution dans l'éluant (qui entraîne alors le soluté par sa propre migration le long de la plaque) et adsorption du composé.

Généralement, on fait des essais de séparations avec des mélanges éther/pentane, acétate d'éthyle/cyclohexane, ou dichlorométhane/cyclohexane.

	Série éluotropique sur gel de silice
	Ether de pétrole Cyclohexane Tétrachlorométhane Toluène Dichlorométhane Ether diéthylique Chloroforme Acétate d'éthyle Pyridine Ethanol Méthanol Eau

Pouvoir éluant  
croissant



**Révélation** : elle permet de visualiser les composés après migration.

Avec les plaques adaptées, révéler à l'UV (254 nm). On repère ainsi les composés porteurs de systèmes conjugués ou aromatiques.

Si le composé est transparent à l'UV, utiliser des révélateurs chimiques (ils détruisent le produit). A titre d'exemple :

- l'iode : plonger la plaque dans un bocal contenant de l'iode finement broyé. Il révèle les composés comportant une ou plusieurs insaturations. Si on utilise un adsorbant sur plaque de verre ou de plastique, on peut observer les composés phosphorés en regardant l'envers de la plaque : ils donnent des taches blanches.

- le révélateur phosphomolybdique : solution de 3 g d'acide phosphomolybdique dans 100 mL d'éthanol. Universel. A manipuler avec précaution.

- le révélateur au *p*-anisaldéhyde : solution de *para*-anisaldéhyde (4,5 g), acide acétique à 99 % (5 mL), acide sulfurique concentré (5 mL), éthanol à 95 % (85,5 mL). Universel.

- le révélateur de Dragendorff : Solution A : solution de nitrate de bismuth (1,7 g), acide acétique glacial (20 mL), eau (80 mL). Solution B : dissoudre 72 g d'iodure de potassium dans 180 mL d'eau. Mélanger ensuite 1,5 mL de A avec 2 mL d'acide acétique, 5 mL d'eau, et 1,5 mL de B. Spécifique des amines.

- l'atomisation : on pulvérise un réactif uniformément sur la plaque. Ce révélateur peut être le nitrate d'argent pour les halogénoalcanes, la 2,4-DNPH pour les carbonyles, ou la ninhydrine pour les acides aminés.

**REMARQUE** : on peut aussi utiliser la CCM à des fins préparatives. Il faut alors des plaques de verre recouvertes de silice et une cuve spéciale ; la révélation est alors obligatoirement réalisée à la lampe UV, les révélateurs chimiques détruisant le composé.

## Extractions

### *Définition et principe*

Les extractions liquide-liquide consistent à faire passer une substance d'un solvant à un autre non miscible au premier (le plus souvent d'une phase aqueuse à une phase organique). La différence de densité entre les deux solvants permet de séparer les deux phases par décantation et de récupérer celle dans lequel le produit est majoritaire.

### *Conseils de réalisation*

Une extraction se fait à l'aide d'une ampoule à décanter. Son volume doit être le double de celui de la solution à extraire. Effectuer chaque extraction avec un volume de solvant égal à la moitié du volume à extraire. En cours d'agitation, ouvrir régulièrement le robinet de coulée, l'ampoule pointant vers le haut et dirigée de façon à éviter les voisins (!) : on élimine ainsi toute surpression. Bien tenir le bouchon de l'ampoule. Plusieurs extractions avec de petits volumes valent mieux qu'une avec un large volume.

### *Les solvants d'extraction et leurs propriétés :*

Solvant	Point d'ébullition	Densité
Ether	35	0,71
Dichlorométhane	40	1,34
Pentane	36	0,63
Cyclohexane	81	0,78
Toluène	111	0,87
Acétate d'éthyle	77	0,90

Plus le point d'ébullition est élevé, plus l'élimination du solvant à l'évaporateur rotatif sera difficile.

Certains solvants, en particulier le dichlorométhane, peuvent entraîner l'apparition d'émulsion à l'interface des deux phases. De même, la formation de micelles, en présence de tensioactif (protéine par exemple (voir *Réduction enzymatique*)), peut rendre floue la frontière entre les deux solvants. Si une émulsion apparaît, tenter de la briser en imprimant à l'ampoule un léger mouvement de rotation. On peut aussi essayer de saturer la phase aqueuse en NaCl. Si l'émulsion persiste, la prélever avec la phase organique, pour ne la laisser avec l'eau que lors de la dernière extraction. On fera l'inverse si on attend le produit dans la phase aqueuse.

Pour les composés partiellement solubles en phase aqueuse, il peut être judicieux de saturer la phase aqueuse en NaCl : la présence d'un sel minéral diminue la solubilité de l'espèce organique dans la phase aqueuse et provoque son relargage vers la phase organique.

Dans le cas de composés acido-basiques, **contrôler le pH** de la phase aqueuse : on extrait par exemple une amine d'une solution aqueuse basique (pH>10) et un acide carboxylique d'une solution aqueuse acide (pH<2).

**REMARQUE : ne jamais jeter aucune fraction avant d'être sûr d'avoir récupéré le produit désiré ;** si on ne le retrouve pas dans la phase où on l'attendait, il est toujours possible de réextraire les autres phases intermédiaires.

Après extraction, réunir les phases organiques désirées et les sécher par agitation en présence d'un desséchant minéral. On considère que le séchage est terminé lorsque le desséchant reste pulvérulent en surface.

*Les desséchants et leurs propriétés :*

Desséchant	Domaine d'application	Incompatibilités	Vitesse de séchage
MgSO <sub>4</sub> anhydre	Quasi universel		Rapide (20 min.)
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> anhydre	Quasi universel		Rapide (1 à 2 h.)
CaCl <sub>2</sub> anhydre	Hydrocarbures halogénés		Lent (1 nuit)
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> anhydre	Nitriles, amines, cétones, bases...	Acides, phénols	Assez lente (4 h.)

# Purifications

## 1. Chromatographie sur colonne

### *Définition et principe*

La chromatographie est une méthode de séparation des constituants d'un mélange par migration différentielle dans un dispositif séparateur constitué de deux phases :

- l'adsorbant, ou phase stationnaire
- la phase mobile dans laquelle baigne la phase fixe.

### *Conseils de réalisation*

Généralement l'adsorbant est, soit la silice (30 g par gramme de produit à chromatographier), soit l'alumine. Attention toutefois, l'alumine peut induire des réactions parasites, notamment avec l'acétone (condensations aldoliques). La granulométrie des grains de phase stationnaire varie typiquement de 50 à 200  $\mu\text{m}$ .

Prévoir une colonne de dimensions adaptées à la quantité d'adsorbant utilisée.

**Polarité des composés et de l'éluant** : les composés les mieux retenus sont les composés polaires. La phase mobile ou éluant est en général un mélange de deux solvants, l'un polaire et l'autre apolaire. Au cours de la séparation sur colonne, et après récupération des produits apolaires, on pourra augmenter progressivement la polarité de l'éluant afin de désorber les produits les plus polaires (gradient de solvants).

**Remplissage de la colonne** : c'est une étape clef pour une bonne séparation. Faire une bouillie de l'adsorbant et du moins polaire des deux solvants, suffisamment fluide pour couler facilement, et l'ajouter par petites portions. Bien homogénéiser au fur et à mesure. Si c'est un coton qui bouche la colonne, prévoir une tige en verre pour le maintenir en place pendant le remplissage. Éviter les fissures, bulles d'air et inhomogénéités ; bien tasser. On peut s'aider d'une surpression. Assurer l'horizontalité de la surface en tapotant la colonne. **Ne jamais laisser la colonne sécher**. Avant dépôt, ajuster le niveau de solvant pour qu'il affleure à la surface de l'adsorbant.

**Dépôt des mélanges à séparer** : chercher à obtenir la couche la plus uniforme possible. Ne pas agiter ni crever la couche superficielle. Déposer les liquides tels quels, à la pipette, délicatement et en s'aidant des parois de la colonne. Adsorber uniformément le composé en sommet de colonne en laissant couler un peu d'éluant. Pour déposer les mélanges solides, on peut simplement les dissoudre dans la quantité minimale du mélange éluant que l'on dépose délicatement à la pipette Pasteur en s'aidant des parois de la colonne. Il est aussi possible de les adsorber sur 5 à 10 g de silice dans un solvant adéquat et de déposer le solide obtenu après évaporation au sommet de la colonne.

**Alimentation de la colonne en éluant** : attention à ne pas perturber la surface au cours des ajouts. On peut utiliser une pissette ou une pipette Pasteur et s'aider des parois de la colonne. Une ampoule de coulée permet d'assurer une alimentation continue en goutte-à-goutte. **Ne pas attendre que la colonne soit presque à sec pour la réalimenter en éluant** : l'adsorbant doit toujours être surmonté d'au moins 2 cm de solvant.

**Récupération des fractions** : faire des fractions de l'ordre de 10 à 50 mL suivant le volume de la colonne. Les récupérer dans des erlenmeyers ou des tubes à essais préalablement numérotés. Analyser par CCM la composition de chaque fraction et réunir les fractions d'analyse commune avant d'éliminer l'éluant à l'évaporateur rotatif.

### **Remarque : la chromatographie en phase vapeur (CPV ou CPG) :**

La phase mobile est alors phase gazeuse, le plus souvent un courant d'hélium ou d'azote. Elle peut être utilisée pour suivre l'avancement d'une réaction, pour vérifier la pureté d'un produit ou pour analyser un mélange d'isomères. On peut par exemple déterminer le rapport  $Z/E$  lors de la synthèse d'un alcène. Deux types de colonnes sont couramment utilisées, le type SE30<sup>®</sup> pour lequel la phase fixe est un polymère



apolaire (polysiloxanes), et le type Carbowax<sup>®</sup> pour lequel la phase fixe est un polymère polaire (polyéthers). On caractérise les produits par leurs temps de rétention sur la colonne.

## 2. Recristallisation

### *Définition et principe*

La recristallisation est une technique de purification des solides. Leur solubilité dans un solvant augmente en général avec la température : le solide est dissout et filtré à chaud puis on le laisse recristalliser dans la solution qui refroidit doucement. On se débarrasse ainsi des impuretés insolubles à chaud et de celles solubles à froid.

### *Conseils de réalisation*

- **Le choix du solvant** : sa température d'ébullition doit être inférieure au point de fusion du solide, sinon une phase huileuse peut se former. Eviter de porter le solvant à ébullition. On peut aussi utiliser des mélanges de solvants : dissoudre à chaud dans le meilleur solvant, puis ajouter graduellement le deuxième jusqu'à apparition d'un trouble persistant.

Exemples de paires de solvants : Alcool-Eau ; Acétate d'éthyle-Cyclohexane ; Solvants chlorés-Ether de pétrole.

- **Elimination des impuretés dans la solution chaude** : on peut utiliser du noir de carbone. Celui-ci fixe les matières en suspension et adsorbe certaines impuretés. Ajouter environ 2 g de pour 100 mL de solvant ; filtrer et porter à nouveau à chaud avant de laisser recristalliser.

- **Obtention des premiers cristaux** : pour rompre l'état éventuel de sursaturation, on peut, soit frotter vigoureusement les parois internes du récipient avec une tige en verre, soitensemencer la solution refroidie avec un germe de cristal du produit pur.

- **Effet de la température** : elle doit être suffisamment basse pour permettre la recristallisation. Mais à trop basse température, la viscosité du liquide est plus élevée et peut gêner la croissance des premiers microcristaux. Laisser redescendre doucement la température jusqu'à la température de la pièce, puis laisser le solvant s'évaporer lentement. Si rien ne se passe, mettre le récipient au réfrigérateur, puis éventuellement au congélateur.

En cas de difficultés, on peut purifier le produit rapidement grâce à une chromatographie rapide (plus un produit est pur, plus il cristallise facilement).

## 3. Distillation

### *Définition et principe*

La distillation sépare les différents constituants d'un mélange liquide en jouant sur la différence entre leurs températures d'ébullition à pression de travail.

### *Conseils de réalisation*

- **Montage** : le ballon est surmonté d'une **colonne à distiller** au sommet de laquelle est placé un **thermomètre**. Un **réfrigérant descendant** est adapté en haut de cette colonne. Il se termine par un **séparateur rotatif** ("pis") sur lequel sont montés des **ballons récepteurs** (trois ou quatre). L'ensemble doit être fixé assez haut pour pouvoir placer un **support-élevateur** sous la source de chaleur : il permettra de descendre rapidement cette source de chaleur pour arrêter la distillation si besoin est. De préférence, réaliser le montage sous hotte.

Peser les ballons récepteurs avant distillation afin de connaître les masses récupérées, et prévoir un bain pour les refroidir.

Vérifier l'état de la verrerie.

- Afin de prévenir d'éventuelles projections de liquide dans la colonne, ne remplir le ballon qu'à moitié. Pour assurer une ébullition régulière, y placer quelques **grains de pierre ponce** ou **poils de balai** ou encore agiter.

- Placer alors la source de chaleur, qui sera en général un bain d'huile. Une règle acceptable est que la température du bain soit supérieure de 20 °C à la température souhaitée à l'intérieur du ballon. Contrôler cette température : elle ne doit pas être trop élevée pour ne pas risquer de dégrader les produits. Ne jamais distiller "à sec".

- Surveiller attentivement la température en haut de colonne : une fraction de produit pur correspond à un palier en température. Entre deux fractions de produits purs, la température varie : prévoir suffisamment de ballons pour recueillir les phases pures et les phases intermédiaires. Si les vapeurs n'atteignent pas la tête, c'est que la colonne est trop longue : la calorifuger en l'enveloppant de laine de verre ou coton et de papier aluminium.

- Pour les composés à haut point d'ébullition (supérieur à 150 °C), on a recours à la **distillation sous pression réduite**. Une pression de **25 mmHg** abaisse les températures d'ébullition d'environ **100°C**. On distille ainsi à température plus basse, ce évite de dégrader thermiquement les produits.

Pour distiller sous vide, il faut prendre un certain nombre de mesures supplémentaires :

- N'utiliser que des **ballons sphériques**, plus résistants aux contraintes mécaniques dues au vide et vérifier soigneusement l'état de la verrerie : **aucun élément ne doit être étoilé**.

- Graisser systématiquement tous les rodages. Si le vide ne s'installe pas dans le montage, vérifier l'étanchéité au niveau de chaque rodage.

- Adapter au niveau du pis, soit une trompe à eau (pour une pression allant jusqu'à **15 mm Hg**), soit une pompe à palettes pour un meilleur vide (1 à 10<sup>-3</sup> mm Hg). Intercaler alors un piège à azote liquide entre le montage et la pompe pour éviter de l'endommager par des vapeurs de solvant.

- Prévoir un dispositif de contrôle de la pression dans le circuit (manomètre). Plonger un capillaire très fin dans le liquide à distiller : il remplacera pierre ponce ou poil de balais et permettra de réguler le vide. En effet, des sauts de pression, en particulier dans le cas de la trompe à eau, peuvent perturber le bon déroulement de la distillation. Il permettra par ailleurs d'arrêter plus facilement la distillation en évitant les retours lorsqu'on casse le vide. Si le capillaire est trop gros, on peut éventuellement diminuer son débit à l'aide d'un tuyau souple et d'une pince à vis.

- **Installer le vide avant de chauffer**, et procéder dans l'ordre inverse en fin de distillation.