

TECHNIQUE

RECRISTALLISATION



PRINCIPE

Lorsqu'en chimie organique ou inorganique les produits de la réaction sont des solides, il est possible, pour les purifier, d'utiliser la technique de recristallisation. Cette technique consiste à dissoudre dans un minimum de solvant proche de sa température d'ébullition (ou d'un mélange de solvants) la totalité du solide. Puis on laisse la solution revenir lentement à température ambiante afin d'obtenir des cristaux purs du composé souhaité.

- Cette technique suppose que la solubilité des différents composés du mélange soit plus importante à haute température qu'à basse température.
- Toutefois, il n'est pas nécessaire que les impuretés soient plus solubles que le produit à isoler, puisqu'elles sont *a priori* en faible quantité par rapport au produit. En conséquence, à solubilité égale, au refroidissement la solution devient saturée en produit bien avant d'être saturée en impuretés (normalement, les impuretés n'arrivent pas à saturation dans la solution et il reste peu de produit perdu en solution).



Montage à reflux (voir fiche « montage à reflux »)

Ne pas oublier l'olive aimanté !!!



Produit à recristalliser, solvant utilisé pour la recristallisation
Attention au choix du solvant de recristallisation...

- Ce solvant doit posséder sensiblement la même polarité que le produit à purifier,
 - il faut que la température d'ébullition du solvant soit inférieure à la température de fusion du solide à recristalliser, sinon il apparaît une huile constituée du produit sous forme liquide et la recristallisation n'est pas possible,
 - celui-ci ne doit pas réagir avec le produit à recristalliser ainsi qu'avec les impuretés présentes dans le milieu,
 - la solubilité du produit doit être élevée dans le solvant chaud et très faible dans le solvant froid,
 - les impuretés doivent être solubles dans le solvant froid, sinon pouvoir être éliminées à chaud,
- La plupart du temps, le choix s'effectue par une succession d'essais.



Introduction du solide dans le ballon ; utilisation d'un entonnoir à solide

NB : si on veut déterminer un rendement de recristallisation ; il est nécessaire de déterminer la masse de solide introduite dans le ballon)



On ajoute un peu de solvant à froid en utilisant un entonnoir à liquide. Le solvant doit juste recouvrir le solide.

Mise en marche du chauffage et de l'agitation. Attendre l'établissement du reflux du solvant



Rajouter du solvant par petites quantités – par le haut du réfrigérant – attendre le ré-établissement du reflux.

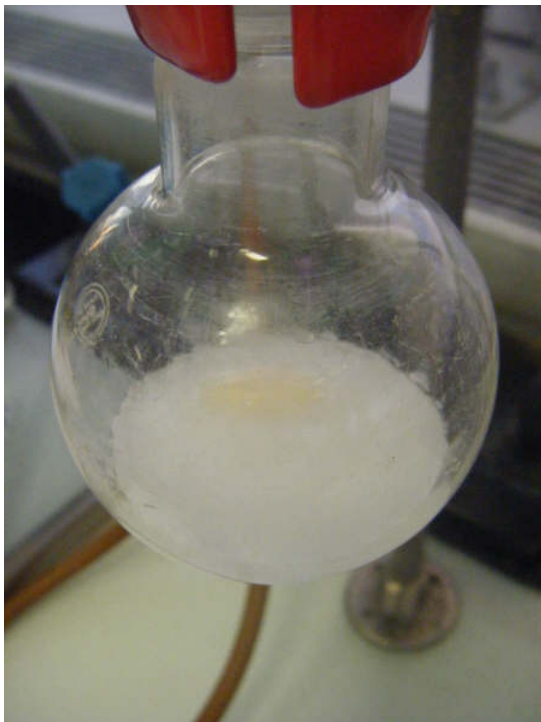
NB : ne pas trop en mettre, on risque de diminuer le rendement de la recristallisation



1) Répéter cette opération jusqu'à dissolution complète du solide au reflux du solvant.

2) Arrêter le chauffage

Laisser refroidir lentement à température ambiante (sinon on refroidit brutalement, le solide recristallisé peut contenir des impuretés solides)

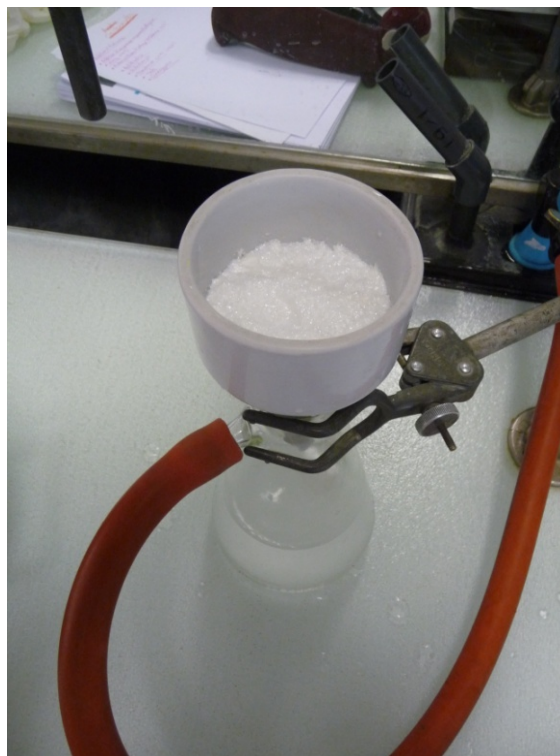


Après quelques minutes le solide réapparaît.

Si le solide ne cristallise pas, gratter les parois du ballon avec une baguette de verre.



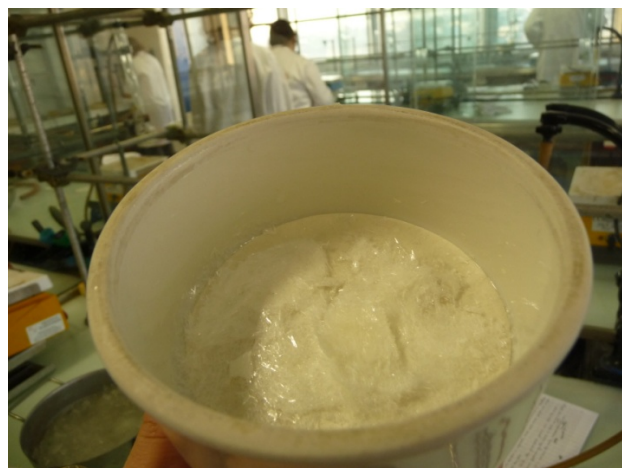
Achever la recristallisation en plaçant quelques minutes le ballon (ou le bécher) dans un bain eau- glace (la solubilité diminue avec la température).



On récupère le solide en réalisant une filtration sur filtre Büchner (voir fiche méthode associée)



Solide avant recristallisation : aspect poudreux



Solide après recristallisation : cristaux

ET APRES ?

- Séchage du solide à l'air libre ou dans l'étuve.
- On détermine la masse de produit récupéré.
- On détermine la pureté du produit par la mesure d'une température de fusion (voir fiche méthode utilisation du banc Köfler), ou par d'autres techniques expérimentales (IR, RMN).
- On détermine un rendement de recristallisation.

ET TOUJOURS... NETTOYAGE ET RANGEMENT DU MATERIEL !!!