

Fiche 6 : Recristallisation

Version 1.3. du
18/06/2009

Une recristallisation consiste à purifier un produit brut obtenu lors d'une synthèse. Pour cela, il faut trouver un solvant dans lequel ce produit pourra cristalliser seul et où des impuretés seront solubilisées. Cette opération commence par une mise à ébullition du solvant (ou du mélange de solvants) choisi avec le produit à purifier et se termine par une filtration à froid, ou à chaud puis à froid, selon les cas.

Protocole de la recristallisation avec filtration à froid (cas courant)

- Placer le solide dans un **ballon**¹ (**monocol** ou **bicol** équipé d'une **ampoule de coulée**) et introduire du solvant de façon à **recouvrir à peine** le solide.
- Assembler le ballon et le **réfrigérant**, l'alimenter en eau et porter à **ébullition**.
- Ajouter soit par le haut du réfrigérant (méthode conseillée pour les solvants peu inflammables ou l'eau) ou par l'ampoule de coulée (méthode conseillée pour les solvants volatils) **la plus petite quantité de solvant possible** de façon à dissoudre tout le solide² à l'ébullition du solvant.
- Laisser refroidir à l'air quelques minutes.
- Transvaser dans un bécher et faire refroidir dans un **bain d'eau** puis dans un **bain de glace** pour faire cristalliser le produit à purifier.
- Filtrer sur bûchner (on utilisera le filtrat pour laver le solide ou un peu de solvant refroidi).

Protocole de la recristallisation avec filtration à chaud

- Pour effectuer une filtration à chaud, le bûchner devra être passé au préalable à l'étuve³. En cas de cristallisation dans le cône de coulée du bûchner, faire passer un peu de solvant chaud.
- Reprendre comme ci-dessus pour faire cristalliser.

Cas d'un mélange de solvant

La trop grande solubilité du produit à purifier dans un solvant peut amener à utiliser un mélange avec un deuxième solvant où ce produit sera moins soluble.

- Pour déterminer les proportions d'un mélange de deux solvants : recouvrir le solide à purifier avec le solvant dans lequel celui-ci est le plus soluble. Porter à ébullition et, si besoin est, ajouter encore de ce solvant jusqu'à dissolution complète.
- Retirer le système de chauffage et verser un peu du deuxième solvant jusqu'à apparition d'un léger trouble.
- Remettre à ébullition quelques instants et procéder ensuite à la filtration.
- Remettre à ébullition quelques instants, ajouter un peu du premier solvant pour tout solubiliser, porter à ébullition.
- Laisser refroidir puis procéder à la filtration

Traitement au noir de carbone

La présence d'impuretés colloïdales nécessite un traitement au noir de carbone.

- L'ajout de noir de carbone (~20 mg / 10 mL de solvant) s'accompagne d'une baisse de la solubilité du produit à purifier : il est donc nécessaire de rajouter entre 10 et 30% de solvant.

Remarques

- **Choix du solvant.**
 - Pour une recristallisation avec filtration à froid, le solvant doit solubiliser à froid les impuretés et à chaud (mais pas à froid) le produit à purifier.
 - Pour une recristallisation avec filtration à chaud, le solvant doit solubiliser à chaud le produit à purifier et pas les impuretés.
- **Ne jamais ouvrir le montage à chaud.**

¹ On peut aussi effectuer une recristallisation dans un erlenmeyer.

² La connaissance des valeurs des solubilités à froid et à chaud des produits permet d'anticiper les volumes de solvant à utiliser.

³ Il peut être judicieux dans certains cas d'utiliser un entonnoir à liquide équipé d'un papier filtre plissé.