

Recristallisation

Une recristallisation est une opération de purification d'un solide. Elle est donc utile quand le composé à purifier est solide à température ambiante.

• Principe

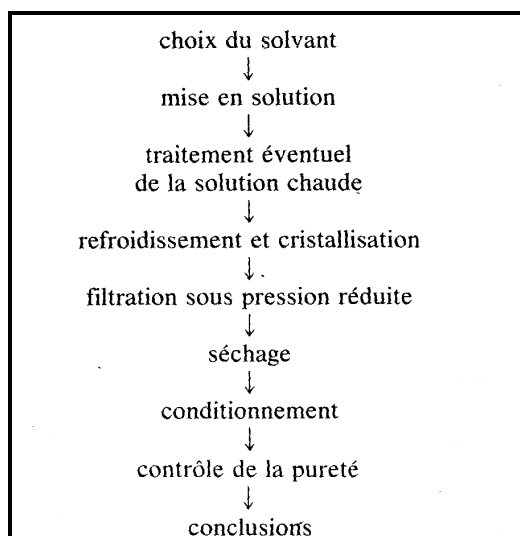
Lorsqu'en chimie organique ou inorganique les produits de la réaction sont des solides, il est possible, pour les purifier, d'utiliser la technique de recristallisation. Cette technique consiste à dissoudre dans un minimum de solvant proche de sa température d'ébullition (ou d'un mélange de solvants)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

La technique de recristallisation repose sur la différence de solubilité à chaud et à froid du produit que l'on cherche à purifier ainsi que celle des impuretés qui le souillent.

Remarques :

- 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).

• Etapes de la recristallisation



❖ 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.

❖ Mise en œuvre pratique

- ☐ On emploie un ballon équipé d'un réfrigérant à reflux et d'un agitateur.
- ☐ On dissout le solide et ses impuretés dans le **minimum de solvant** à l'ébullition. On filtre éventuellement les impuretés non solubles à chaud (opération délicate car toute la verrerie utilisée doit être à la même température; dans le cas contraire, le composé précipite dans le filtre).
- ☐ On laisse ensuite refroidir lentement la solution. La dissolution des composés organiques étant généralement endothermique, la solubilité est une fonction croissante de la température : **le solide recristallise à froid.**
- ☐ En outre, **le refroidissement doit être lent** pour que la formation des cristaux ne se fasse pas trop rapidement. Dans le cas contraire, une multitude de petits cristaux sont obtenus, à la jonction desquels est emprisonnée la solution qui contient les impuretés. Une recristallisation bien réussie conduit donc à l'obtention de beaux monocristaux et non de poudre fine.

Notons encore la possibilité d'utiliser deux solvants: le premier sert à solubiliser rapidement l'ensemble des solides à chaud. Le second ajouté petit à petit et dans lequel les produits sont insolubles a pour rôle d'amener le mélange à la limite de la précipitation.

- ☐ Enfin, on filtre sur Büchner le solide obtenu afin de le séparer du solvant contenant les impuretés.

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 ou par d'autres techniques expérimentales.
- ☐ On détermine un rendement de recristallisation.