

La recristallisation

Fiche technique

▶ ▶ Quand ?

▪ Si à l'issue d'une synthèse le solide obtenu n'est pas pur (information obtenue par l'une des méthodes de contrôle de pureté), on peut le purifier par recristallisation.

▶ ▶ Le principe

▪ Une recristallisation consiste à solubiliser à chaud un composé solide impur dans un minimum de solvant. On choisit un solvant dans lequel :

- Le produit à purifier est insoluble dans le solvant à froid, mais soluble dans le solvant à chaud.

- Les impuretés sont solubles à froid dans le solvant.

▪ En solubilisant l'échantillon à chaud, le produit à purifier et les impuretés passent en solution. On refroidit ensuite le solvant : le composé à purifier, non soluble à froid, recristallise alors que les impuretés restent en solution : le produit a été purifié.

▪ Un essorage permet enfin d'éliminer le solvant (avec les impuretés) et d'isoler le solide purifié.

▶ ▶ Montage

▶ ▶ Le protocole

- Placer le solide dans un ballon bicol (ou tricol) après l'avoir recouvert du solvant de recristallisation.

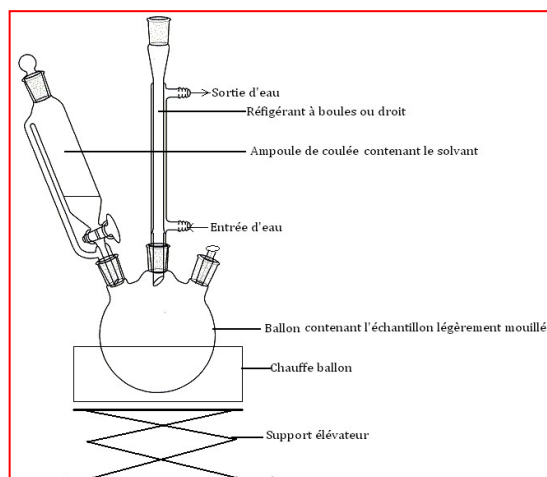
- Porter à ébullition. Si tout le solide n'est pas dissout, on ajoute un peu de solvant grâce à l'ampoule de coulée.

- Laisser le ballon revenir à température ambiante jusqu'à apparition des premiers cristaux.

- Refroidir ensuite éventuellement à l'aide d'un bain d'eau ou de glace.

- Essorer sur Büchner et laver avec le solvant froid.

- Vérifier alors la pureté du produit.



▶ ▶ Questions pratiques

→ Que faire si le solide ne précipite pas ?

- On peut abaisser la solubilité du solide en plongeant le ballon dans un bain de glace

- On peut ajouter un deuxième solvant, appelé co-solvant, dans lequel le produit pur est peu soluble.

- Parfois un blocage cinétique empêche la recristallisation du solide. On peut alors amorcer cette recristallisation en grattant le fond du ballon à l'aide d'une baguette de verre (de micro éclats de verre joueront le rôle de points de nucléation).

- Si trop de solvant a été ajouté, la recristallisation n'a pas lieu. Il est alors nécessaire d'éliminer tout le solvant à l'évaporateur rotatif et de recommencer le protocole.

→ Pourquoi laisser le ballon refroidir lentement ?

- Si le solide cristallise trop vite, il va piéger une grande partie des impuretés, rendant la purification peu efficace. Il n'est donc pas recommandé de mettre le ballon directement dans un bain de glace.