

Recristallisation

La recristallisation est une technique de **purification** d'un **solide**. Son principe repose sur la différence de solubilité, à chaud et à froid, du solide et de ses impuretés dans un ou plusieurs solvants.

La solubilité d'un solide augmente généralement avec la température. Ainsi, lorsqu'il est solubilisé dans un solvant chaud, sa recristallisation peut être provoquée par le refroidissement de la solution.

I. Principe

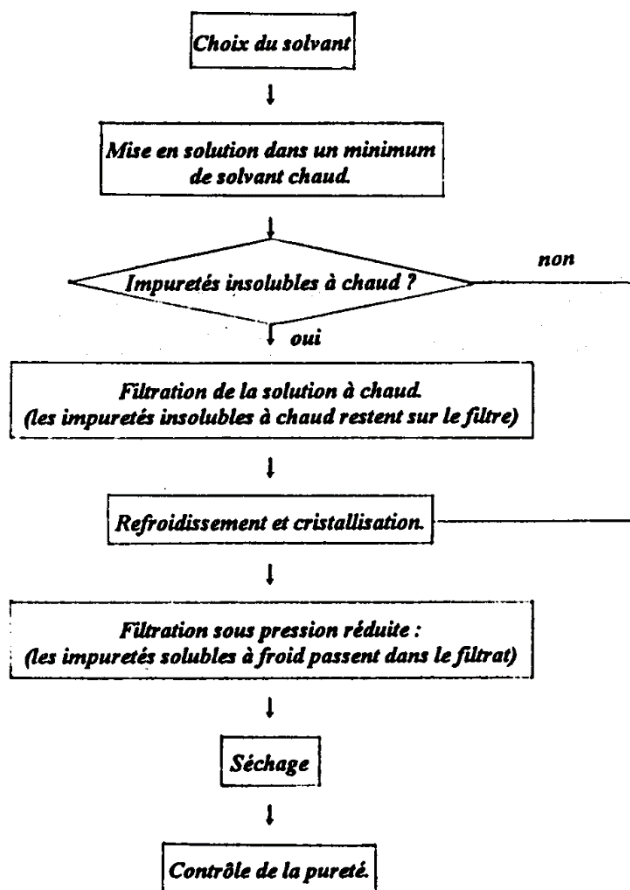
La recristallisation consiste à dissoudre le solide brut dans un solvant (ou un mélange de solvants) à chaud, puis à refroidir la solution pour provoquer la cristallisation du solide que l'on isole par filtration.

Que deviennent les impuretés ?

- Les impuretés insolubles dans le solvant chaud seront éliminées lors de la filtration de la solution chaude.
- Les impuretés solubles dans le solvant froid seront éliminées au cours de la filtration finale.
- Les impuretés solubles dans le solvant chaud et peu solubles dans le solvant froid ont le même comportement que le produit à purifier, la recristallisation ne pourra pas les éliminer.

II. Aspects expérimentaux

Les différentes étapes de la recristallisation sont les suivantes :



a. Choix du solvant

Le(s) solvant(s) de recristallisation doit(vent) répondre aux **critères** suivants :

- Ne pas réagir chimiquement avec le produit à purifier.
- Très bien solubiliser le produit à chaud.
- Très peu solubiliser le produit à froid.
- Dissoudre très bien à froid ou très peu à chaud les impuretés.
- Avoir une température d'ébullition inférieure à la température de fusion du solide

Il faut tenir compte également de la toxicité, de l'inflammabilité et du coût du solvant.

Remarque : Si les valeurs de solubilité ne sont pas connues, il est nécessaire de faire des essais de solubilité dans des tubes à essai en ajoutant une petite quantité de produit et de solvant et de faire une recristallisation sur cet échantillon.

b. Mise en solution

Le mélange (solide brut + solvant) est porté à ébullition tout en agitant. La **dissolution** doit être **complète** sans dépasser la quantité minimale de solvant nécessaire.

c. Filtration à chaud

La filtration à chaud permet d'éliminer les impuretés insolubles dans le solvant chaud. Elle est réalisée par gravité avec un matériel de filtration chauffé à l'étuve.

d. Refroidissement

La qualité des cristaux dépend de la vitesse de refroidissement de la solution : un **refroidissement lent** au contact de l'air ambiant, ensuite on immerge le récipient dans un bain d'eau puis dans un bain d'eau glacé.

e. Filtration sous vide

La deuxième filtration se fait toujours par aspiration en utilisant un filtre Büchner. Le produit doit être **lavé** avec le moins possible de solvant de recristallisation bien **froid**.

f. Séchage

Le séchage à l'**air libre** est une méthode simple qui évite les problèmes liés au chauffage des cristaux : sublimation, fusion, décomposition, oxydation. Par contre, elle est lente. On peut diminuer sa durée en pressant les cristaux entre deux feuilles de **papier filtre**.

L'utilisation d'une **étuve** permet de diminuer le temps de séchage : la température doit être choisie pour que le séchage soit le plus rapide possible tout en préservant la qualité du produit.

g. Contrôle de pureté

La détermination du **point de fusion** du solide recristallisé est une méthode très utilisée car elle est simple et rapide.