

Purification d'un produit solide par recristallisation

1 - Principe

La purification des solides par recristallisation est basée sur leurs différences de solubilité dans un solvant judicieusement choisi. Le solvant de recristallisation idéal est celui pour lequel le produit à recristalliser est soluble à chaud et insoluble à froid, et les impuretés sont solubles aussi bien à chaud et à froid.

2 - Choix du solvant

Les solvants les plus usuellement utilisés sont le cyclohexane, l'alcool méthylique, l'alcool éthylique, l'eau, le chloroforme, le dichlorométhane ou un mélange de ceux-ci.

On fait des essais systématiques : dans un tube à essai sont placés quelques cristaux et environ 1 mL de l'un des solvants indiqués ci-dessus : si le composé se dissout, le solvant est évidemment sans valeur ; s'il ne se dissout pas, le tube est alors chauffé doucement ; lorsque le composé se solubilise partiellement, on ajoute quelques gouttes supplémentaires du solvant afin d'obtenir une dissolution totale. Si une solution homogène est obtenue, on refroidit le tube tout en frottant ses parois avec un agitateur en verre. Si le choix du solvant est correct on doit observer l'apparition des cristaux. Si aucune solubilité n'est notée ou si aucun cristal n'est obtenu, le solvant n'est pas approprié et on en essaie un autre jusqu'à l'obtention de cristaux.

3 - Technique opératoire de recristallisation

Le solvant approprié ayant été choisi :

- 1) Mettre le composé à purifier dans un erlenmeyer (ou un ballon), surmonté d'un réfrigérant, de taille adaptée à la quantité de produit brut à recristalliser, le dissoudre dans le minimum de solvant à température voisine de la température d'ébullition.
- 2) On peut filtrer la solution chaude pour éliminer certaines impuretés insolubles.

3) Laisser refroidir la solution. Amorcer ou non la cristallisation (refroidissement brutal ou amorçage avec agitateur en verre).

4) Filtrer les cristaux sur entonnoir de Büchner pour les séparer de la liqueur mère. Essorer.

Laver avec de petites quantités du même solvant froid. Essorer très soigneusement sur entonnoir de Büchner.