

TP N°03 : La recristallisation

I- Introduction :

La recristallisation est une technique de base pour purifier les solides. Elle repose sur la différence de solubilité entre le composé à purifier et ses impuretés dans le solvant choisi.

Par hypothèse, nous ne supposons que les impuretés en concentration bien plus faible que le produit à purifier.

La solubilité d'un composé augmente généralement avec la température. Ainsi, on dissout le composé à purifier dans le minimum de solvant porté à ébullition.

Par refroidissement, la solution se sature en composé à purifier (notons que selon l'hypothèse la solution n'est pas saturée en impuretés).

II-Principe de la recristallisation :

Les composés solides obtenus par synthèse organique ou extraits de substances naturelles sont souvent contaminés par de faibles quantités d'impuretés. La technique habituelle de leur purification est *la recristallisation*, basée sur leur différence de solubilité à chaud et à froid dans les solvants.

La solubilité d'un solide augmente généralement avec la température ; aussi lorsqu'il est solubilisé dans un solvant chaud, sa cristallisation peut être provoquée par le refroidissement de la solution jusqu'à sa sursaturation.

La recristallisation consiste donc à dissoudre d'abord le solide à purifier dans un mélange de plusieurs solvants chaud, généralement à l'ébullition, puis à refroidir la solution pour provoquer la cristallisation du solide que l'on isole par filtration.

III-Etape de la recristallisation

III-1- Choix du solvant :

Les similitudes physico-chimiques du solvant et du produit à purifier constituent le critère le plus général de sélection du solvant de recristallisation. Entre autres leur polarité doit souvent être voisine. Le choix s'effectue par des tests de solubilité ou à l'aide des tables de constantes en tenant compte des exigences suivantes :

- Le solvant ne doit pas réagir chimiquement avec le solide à purifier.

- La solubilité du produit doit être élevée dans le solvant chaud et faible dans le solvant froid ; une solubilité cinq fois plus grande dans le solvant chaud est généralement acceptable.
- Les impuretés organiques doivent être solubles dans le solvant froid.
- La température d'ébullition du solvant devrait être inférieure au point de fusion du solide ; autrement, une phase huileuse risqué de se former.
- Le solvant devrait être peu toxique et peu inflammable, mais la majorité des liquides organiques possède rarement ces deux caractéristiques à la fois.

III-2- Le point de fusion :

Le point de fusion d'un solide constitue une des caractéristiques physiques de ce solide. Dans un laboratoire de travaux pratiques, le point de fusion est généralement mesuré à l'aide d'un bon KOFER : c'est un appareil électrique comprenant une plaque chauffante qui présente un gradient de températures allant de 50°C à 260 °C et sur laquelle on fait glisser lentement, à l'aide d'une spatule, jusqu'à la fusion, quelques grains du solide dont on veut déterminer le point de fusion.

Pour une meilleure précision, on réalise, au moins, deux fois la même mesure.

IV- Purification par recristallisation de l'aspirine :

La recristallisation consiste à purifier une substance solide en la dissolvant à chaud dans un solvant lequel elle n'est pas soluble à froid. Les impuretés sont solubles à chaud et à froid dans le solvant utilisé, et restent dans le solvant lors de la cristallisation de la substance.

- Dans un erlenmeyer, redissoudre progressivement l'aspirine préparée dans 3mL d'éthanol à 95% en chauffant doucement au bain-marie à 60°C.
- Verser ensuite la solution obtenue dans 10mL d'eau chaude.
- Laisser refroidir lentement à l'air sans agiter, puis dans un bain d'eau glacée: l'aspirine précipite. La cristallisation peut éventuellement être amorcée en grattant doucement le fond de l'erlenmeyer avec une tige de verre. Attendre 15 minutes.
- Filtrer sur büchner, laver avec de l'eau glacée, sécher à l'étuve à 80°C sur un verre de montre préalablement pesé.
- Après séchage, peser la masse d'aspirine fabriquée.

VII- Questions :

- Expliquer le principe de la recristallisation.
- Donner autre méthode pour la purification de l'aspirine ?
- Déterminer le point de fusion l'aspirine avant et après la recristallisation ?
Expliquer ?