

## Fiche technique

# Recristallisation

### *I. Intérêt & principe*

Le but de la recristallisation est de purifier un solide S à l'issue d'une synthèse. Le solide peut contenir plusieurs types d'impuretés : des liquides (solvants) emprisonnés dans des cavités, des impuretés solides  $I_s$  miscibles ou non en phase solide avec S.

### *II. Dispositif expérimental & protocole*

Le solide S impur est placé dans un ballon monocol. Un solvant SR (dit de recristallisation) est ajouté en quantité la plus faible possible pour dissoudre tout S à  $T = T_{eb}(SR)$ . Le ballon est surmonté d'un réfrigérant à boule et le tout est porté au reflux. Si des impuretés solides persistent, le mélange est filtré à chaud rapidement (sur Büchner préalablement chauffé à l'étuve) et replacé dans le montage à reflux. Tout doit alors être dissout.

On laisse refroidir lentement à température ambiante. Le solide se reforme à température ambiante. Une fois la température ambiante atteinte, le mélange polyphasé est filtré (sur Büchner ou verre fritté), lavé et séché (*cf.* FT filtration) : on récupère le solide pur, les impuretés restant alors dans le solvant.

### *III. Remarques & justifications*

Le solvant de recristallisation doit posséder les propriétés suivantes :

- S soluble dans SR à chaud, mais pas à température ambiante ;
- $I_s$  solubles dans SR à chaud et à température ambiante. Si une impureté n'est pas soluble à chaud, elle est filtrée à chaud (*cf.* protocole) ;
- SR ne doit pas réagir avec S (inerte) ;
- SR doit être de préférence non toxique.

Avec de telles propriétés, les impuretés  $I_s$  se retrouvent dissoutes dans SR à température ambiante, et donc séparées de S à la fin de la recristallisation.

Il n'est pas nécessaire de prolonger le reflux longtemps : dès que les solides sont dissouts, on peut passer à la phase de refroidissement lent.

**ATTENTION** : on ne refroidit jamais le milieu avec un bain de glace : cette pratique a pour conséquence d'accélérer la cristallisation, donc de former de gros cristaux qui emprisonnent du solvant avec des impuretés. La cristallisation doit être lente pour avoir les cristaux les plus fins possibles.

Il est possible que la quantité de solvant SR soit très faible et donne l'impression, à température ambiante, d'être insuffisante : ce n'est pas grave, ce qui compte, c'est la solubilité de S à  $T_{eb}(SR)$ . On pourra consulter des tables pour cela. Si la solubilité de S dans SR n'est pas connue, on ajoute une quantité faible de SR au départ, à peine de quoi recouvrir le solide et, si nécessaire, on ajoute du solvant par la suite (par le haut du réfrigérant ou *via* une ampoule de coulée si on a pris le soin de prévoir un ballon bicol avec ampoule latérale). Une trop grande quantité de SR entraîne des pertes car S est malheureusement toujours un peu soluble à température ambiante.