CultureSciences-Chimie | Article

Fiche sur la technique de la recristallisation

Publié le 04.12.02 | Par Anthony Bourgeais, Edith Thummen

Les changements d'état sont largement utilisés dans toutes les étapes de séparation et de purification. Lorsqu'en chimie organique ou inorganique les produits de la transformation chimique considérée sont des solides, il est possible pour les purifier d'utiliser la technique de recristallisation.

1. Introduction

Les changements d'état sont largement utilisés dans toutes les étapes de séparation et de purification.

Lorsqu'en chimie organique ou inorganique les produits de la transformation chimique considérée sont des solides, il est possible pour les purifier d'utiliser la technique de recristallisation. Cette technique est basée sur la différence de solubilité et de concentration entre le mélange à purifier et les impuretés présentes dans le solvant de recristallisation. Ces impuretés sont séparées de l'espèce selon deux étapes :

- Une filtration à chaud de la solution permet l'élimination des impuretés insolubles à chaud dans le solvant choisi.
- Les impuretés solubles restent en solution lors du refroidissement car elles sont, par hypothèse, en concentration beaucoup plus faible que le composé à purifier, et si possible très solubles à froid dans le solvant de recristallisation.

2. Présentation du matériel

Nous avons ici besoin de ces différents éléments :

- bain d'huile,
- plaque chauffante,
- éprouvettes,
- support élévateur,
- ballon de 100 mL,
- réfrigérant à boule (+ tuyaux),
- potence, noix, pinces
- pipettes pasteur, propipettes, verre à pied,
- entonnoir à solide,
- PbI_2 + eau distillée

Il s'agit ici du même matériel que pour un simple montage à reflux.

3. Mise en place du matériel

On effectue le même montage que pour la séquence du montage à reflux.

4. Réalisation de l'expérience

Le solide qui va être recristallisé est une poudre n'ayant pas l'apparence d'un solide cristallin.

On place à l'aide d'un entonnoir à solide, le solide PbI_2 et on ajoute quelques millilitres d'eau distillée afin de recouvrir légèrement le solide dans le ballon posé sur un valet. On replace le ballon dans le montage à reflux et on porte le mélange au reflux. On observe la dissolution du solide. S'il n'est pas totalement dissous on ajoute progressivement du solvant chauffé par le haut du réfrigérant, jusqu'à l'obtention de sa dissolution totale.

Dans le cas où il reste des impuretés, on peut effectuer une filtration à chaud. Ici ce n'est pas nécessaire.

Une fois la solution transparente, on arrête le chauffage et on le retire. On laisse refroidir suffisamment lentement le mélange pour éviter de piéger des impuretés dans les cristaux de PbI_2, mais suffisamment rapidement pour éviter que ces impuretés ne s'adsorbent sur les cristaux en formation. L'efficacité de la recristallisation passe par des équilibres thermodynamiques entre la solution et le solide.

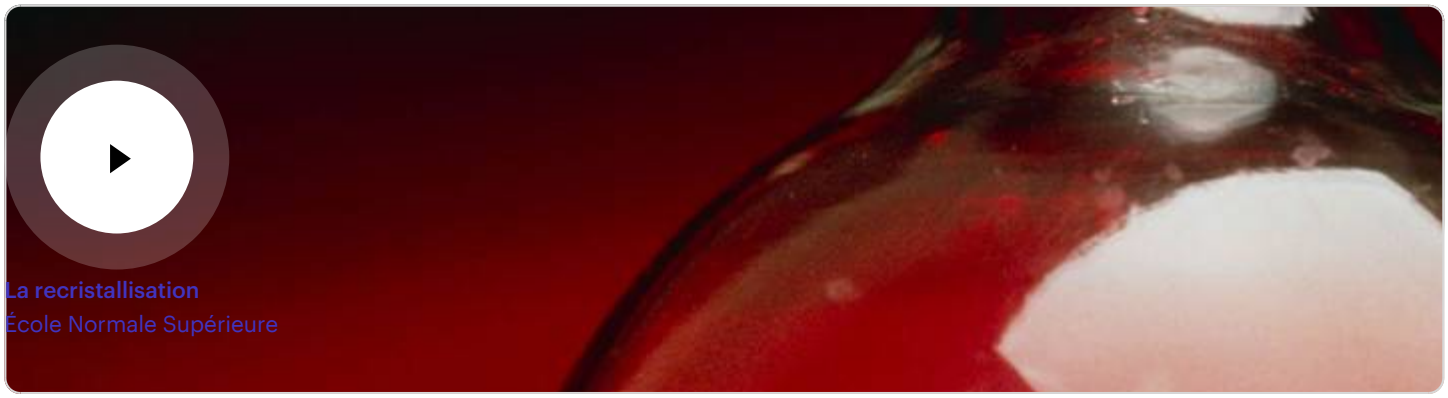
On constate que l'on a bien purifié PbI_2 car les cristaux qui se forment sont à présent suffisamment gros pour réfléchir la lumière et étinceler.

Si malheureusement la cristallisation n'intervient pas à froid après quelques dizaines de minutes, on peut l'amorcer de différentes façons :

- Soit en refroidissant de façon plus poussée à l'aide d'un bain de glace.
- Soit en provoquant des points de germination de cristaux autour de micro-éclats de verre obtenus en frottant la paroi du ballon avec un bâton de verre.
- Soit en introduisant un germe cristallin composé de PbI_2 si on en dispose ou d'un échantillon de PbI_2 initial.

Si malgré tout cela la cristallisation n'est pas amorcée cela signifie que le solvant choisi est mal adapté. En effet le point crucial d'une recristallisation est le choix du solvant. En général, le solvant choisi doit être un médiocre solvant pour le composé à purifier, c'est à dire que la solubilité de ce dernier doit être la plus faible possible à température ambiante, tout en étant suffisamment élevée à la température d'ébullition du solvant. De plus, les domaines de solubilité du composé à purifier et des impuretés doivent être aussi disjoints que possibles.

Lorsque la recristallisation est terminée, le solide est récupéré par filtration sous le vide de la trompe à vide sur filtre et büchner. On pourrait également utiliser un verre fritté. On obtient alors ce solide. On observe ici de façon visuelle que les cristaux formés à l'issue de la recristallisation semblent purifiés.



5. Conclusion

En général, on peut analyser les cristaux obtenus à l'issue de la recristallisation en effectuant une prise de point de fusion et en la comparant aux valeurs tabulées et à celle du produit obtenu avant recristallisation.

De plus, d'autres techniques comme les techniques spectroscopiques permettent de conclure sur l'intérêt de la recristallisation en tant que technique de purification des solides.

CRÉDITS

AUTEUR(S)/AUTRICE(S)

Anthony Bourgeais

Professeur agrégé de chimie

RELECTURE SCIENTIFIQUE

Jean-Bernard Baudin

Professeur à l'Ecole Normale Supérieure

AUTEUR(S)/AUTRICE(S) ET MISE EN LIGNE

Edith Thummen

Professeure agrégée de chimie, conceptrice et responsable éditoriale du site CultureSciences-Chimie de 2002 à 2004 en collaboration avec D. Jaouen et J.B. Baudin, et avec le soutien des membres du département de chimie de l'ENS. Enseignante en CPGE depuis 2004.

LICENCE DU TEXTE DE L'ARTICLE

Creative Commons - Attribution - Pas d'utilisation commerciale

PARTENAIRE(S)

La vidéo de l'expérience a été réalisée par M.-A. Rey, A. Lecordier et G. Fourquet, de l'École Normale Supérieure. Le script a été rédigé par Anthony Bourgeais et Edith Florentin, auteurs de cet article.