

VII- LA PURIFICATION DES SOLIDES : RECRISTALLISATION

Si 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**, **technique basée sur leur différence de solubilité à chaud et froid dans les solvants**, le plus souvent grâce à leur différence de proportion.

La solubilité d'un solide dans un solvant augmente généralement avec la température : aussi solubilisé dans un solvant chaud, généralement à ébullition, en même temps que les impuretés qui l'accompagnent, sa recristallisation peut être provoquée par le refroidissement de la solution. Quant aux impuretés qui l'accompagnent, trois cas peuvent se présenter :

- Elles sont insolubles dans le solvant chaud => une filtration à chaud permet de les éliminer
- Elles sont solubles à chaud et solubles à froid à la faible concentration présente => la filtration à froid les élimine.
- Elles sont solubles à chaud et précipitent dans le solvant froid....recristallisation inefficace...il faudra choisir un autre solvant .

Les étapes de la recristallisation

1. Choix du solvant	Rappel : forte solubilité à chaud, et faible à froid
2. Mise en solution à l'ébullition du solvant	Sous reflux avec ampoule de coulée ou pas, car l'introduction du solvant par le tube de reflux est autorisé.
3. Traitement éventuel de la solution chaude	Filtration à chaud sur entonnoir papier ou buchner Traitement au noir de carbone (éliminer couleur)
4. Refroidissement => recristallisation	A température ambiante d'abord, sur glace ensuite.
5. Filtration sur buchner, essorage	
6. Séchage	Sur carreau fritté ou/et à l'étuve
7. Contrôle de pureté	Au banc Köfler après étalonnage et/ou CCM
8. Conclusion	Efficace ou pas ? Si pas , reprendre au point ...1 !

Le choix du solvant fait pour vous correspond aux critères suivants, entre autres :

- Le solvant solubilise bien le produit à chaud et le moins possible à froid.
- Le solvant ne réagit pas avec le solide à purifier
- La température d'ébullition du solvant est nettement plus basse que la température de fusion du solide pour éviter la formation d'huile.
- Le solvant sera le moins toxique et inflammable possible....très délicat ...

Des solvants usuels sont : eau, acide éthanoïque, méthanol, éthanol, propanol, propanone, éthanoate d'éthyle, dichlorométhane, toluène, cyclohexane ou hexane, éther de pétrole, purs ou en mélange...

La mise en solution AVEC la quantité MINIMALE de solvant, TOUT JUSTE NECESSAIRE .

- si la solubilité est connue à ébullition, on pèse le solide obtenu, et on met la quantité nécessaire de solvant calculée pour le solubiliser - **10%**
- Si la solubilité n'est pas connue, on recouvre TRES légèrement le solide à dissoudre, et on amène le tout à l'ébullition du solvant. On ajoute alors petit à petit , **en maintenant l'ébullition**, du solvant jusqu'à constater la solubilisation totale (solution LIMPE , à l'ébullition.

Le noir de carbone est utilisé en cas de coloration non conforme due à des molécules insaturées : il les adsorbe à sa surface. On verse le noir de carbone sur la solution légèrement tiédie, puis on ramène la solution à l'ébullition quelques minutes. On effectue alors une filtration à chaud pour éliminer le noir de carbone, et garder le produit dissous.

Le noir de carbone est un charbon pulvérulent (poudre très fine à très grande surface spécifique)

La recristallisation, parfois capricieuse, peut être amorcée (sans garantie de succès !) soit en frottant une baguette en verre au fond du bécher refroidi, soit en ensemençant la solution froide à l'aide quelques cristaux du produit attendu, obtenus par ailleurs...Si une huile est obtenue au lieu du solide...il faut la redissoudre à chaud à nouveau et réessayer de recristalliser sous agitation.

Ce retard de recristallisation est dû à un phénomène de sursaturation (l'équivalent de la surfusion)