

TP 02

RECRISTALLISATION



Universite ABB Tlemcen

Dr.Siham YEBDRI

Université Abou Bakr Belkaid
de Tlemcen

Faculté des sciences

Département de chimie

Email : *sihem.yebdri@gmail.com*

1.0

Mai 2024

Table des matières

Objectifs	3
Introduction	4
I - TP 02: RECRISTALLISATION DE L'ASPIRINE	5
1. I. PARTIE THEORIQUE	5
1.1. 2. Étapes de la recristallisation	5
2. Principe du TP	6
3. II. PARTIE EXPÉRIMENTALE	6
4. III. QUESTIONS	9
4.1. Évaluation du TP 02	9

Objectifs

La recristallisation est une technique de purification d'un solide. Ce **TP** repose sur la séparation de ce solide de ses impuretés ce qui est l'objectif d'apprendre **aux étudiants** les différentes étapes de cette méthode.

Introduction

PRE-REQUIS

A la fin de ce ***TP*** l'étudiant doit être capable de réaliser la ***recristallisation*** avec ses différentes étapes. Et il doit pouvoir adapter ses connaissances d'une synthèse organique.

Proposer une synthèse et faire une application ***d'apprentissage*** pour ce ***TP***.

I TP 02:

RECRISTALLISATION DE L'ASPIRINE

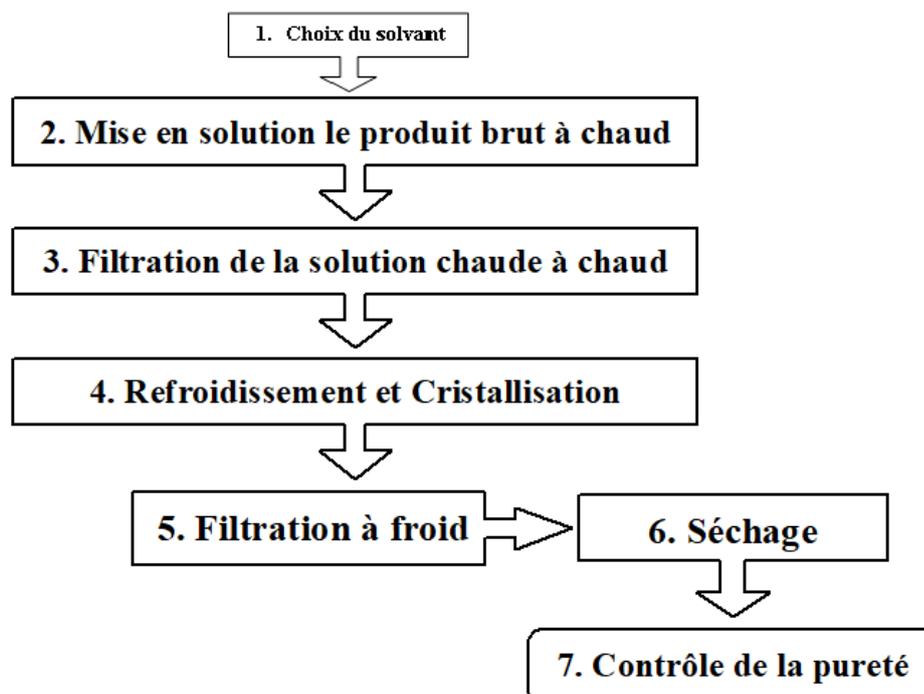
1. I. PARTIE THEORIQUE

1. Introduction

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 qui a pour but de purifier un produit en le débarrassant de ces impuretés qu'il pourrait contenir[2].

1.1. 2.Étapes de la recristallisation

Les différentes étapes de la recristallisation sont :



1.1.1. 3. Comment réaliser une recristallisation ?

Essentiellement ce procédé consiste :

A trouver un solvant tel que le composé à purifier soit très soluble à chaud et très peu soluble à froid, alors que l'impureté est soluble aussi bien à chaud qu'à froid.

A dissoudre le solide dans le minimum de solvant à l'ébullition. La dissolution se fait le plus souvent dans un récipient surmonté d'un réfrigérant à boules, vertical. Ce montage permet d'éviter toute perte de solvant par évaporation (risque d'incendie). On obtient alors une solution pratiquement saturée, à l'ébullition, du produit que l'on veut purifier. On introduit parfois dans la solution saturée une certaine quantité de noir de charbon pour éliminer par adsorption les impuretés colorées et solubles.

A filtrer la solution chaude pour éliminer des impuretés insolubles (poussières, papier filtre, noir de charbon...).

A refroidir la solution pour obtenir la cristallisation recherchée. Une petite quantité de produit à purifier et les impuretés, qui se trouvent en faible quantité, restent en solution.

A séparer le produit cristallisé de la solution par filtration et essorage sur un Büchner.

2. Principe du TP

Son principe repose sur la différence de solubilité, à chaud et à froid, du solide et de ses impuretés dans un ou plusieurs solvants. La solubilité d'un solide augmente généralement avec la température. Ainsi, lorsqu'il est solubilisé dans un solvant chaud, sa recristallisation peut être provoquée par le refroidissement de la solution.

La **recristallisation** consiste à dissoudre le solide brut dans un solvant (ou un mélange de solvants) à chaud, puis à refroidir la solution pour provoquer la cristallisation du solide que l'on isole par filtration.

Que deviennent les impuretés ?

- Les impuretés insolubles dans le solvant chaud seront éliminées lors de la filtration de la solution chaude.
- Les impuretés solubles dans le solvant froid seront éliminées au cours de la filtration finale.
- Les impuretés solubles dans le solvant chaud et peu solubles dans le solvant froid ont le même comportement que le produit à purifier, la recristallisation ne pourra pas les éliminer.

3. II. PARTIE EXPÉRIMENTALE

Placer le produit à purifier (**aspirine**) dans un erlenmeyer de **100 mL**, après avoir pesé sa masse initiale.

Ajouter le minimum de solvant de recristallisation (dans ce cas c'est l'**éthanol**). Porter le tout à ébullition (**60 °C**) et agiter régulièrement jusqu'à **dissolution complète** des cristaux.

Filtrer la solution obtenue sur büchner (avec papier filtre) à chaud.

Laisser le mélange refroidir à température ambiante, avant de le plonger dans un **bain de glace** pilée.

Filtrer les cristaux obtenus sur büchner et les rincer comme précédemment. Disposer les cristaux dans une capsule préalablement pesée.

Placer le tout dans une étuve à **80 °C** pendant **15 minutes**. Lorsque les cristaux sont parfaitement secs, déterminer la masse finale.

Prendre son **point de fusion**, à l'aide d'un **Banc Köfler**.

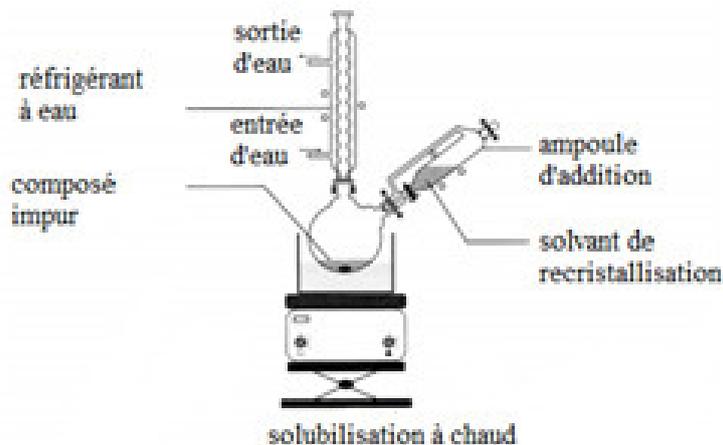


Schéma 1 : La mise en solution



Schéma 2 : Refroidissement et Cristallisation

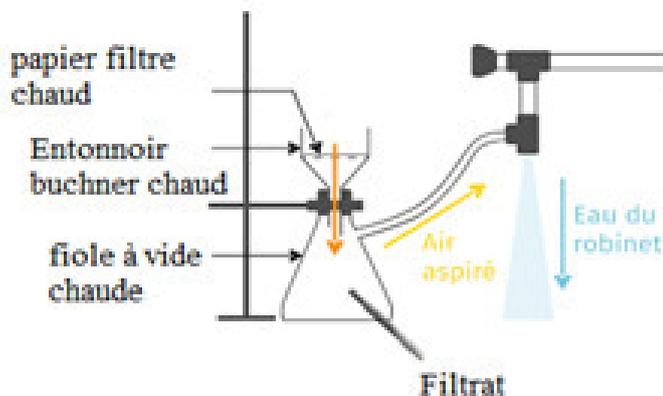


Schéma 3 : Filtration à chaud

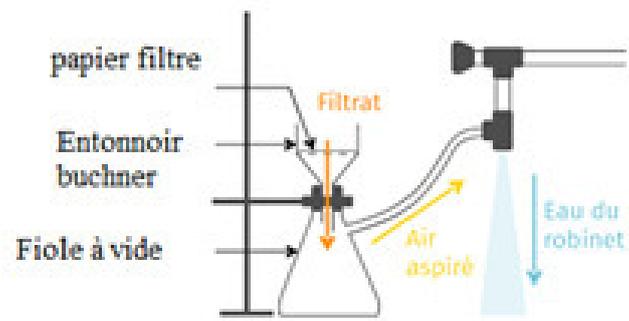


Schéma 4 : Filtration à froid

4. III. QUESTIONS

4.1. Évaluation du TP 02

Questions

1. Donner le but et le principe du TP ?
2. **a/** Quelle est la masse, le point de fusion de votre produit purifié obtenu (aspirine purifiée) ?
m =.....
tf =(tf (théorique)) = 133-135 °C
- b/** Calculer le rendement du produit après recristallisation ?
3. Quels sont les points clés de la recristallisation ?
4. Dans quel cas peut-on utiliser la recristallisation ?
5. Donner la différence entre cristallisation et recristallisation ?
6. Quel est le paramètre qui nous renseigne sur la pureté du produit après la recristallisation ?
7. Pourquoi on fait la filtration à chaud du composé à purifier dans le solvant de recristallisation à chaud, après avoir le solubiliser ?
8. Conclusion

¶ Syntaxe : Réponses

1. Donner le but et le principe du TP ?

But : Purifier un composé organique à l'état solide (aspirine)

Principe : Utiliser la méthode de la recristallisation pour purifier un composé organique à l'état solide (aspirine).

2. **a/** Quelle est la masse, le point de fusion de votre produit purifié obtenu (aspirine purifiée) ?

m =.....

tf =(tf (théorique)) = 133-135 °C

b/ Calculer le rendement du produit après recristallisation ?

.....

3. Quels sont les points clés de la recristallisation ?

La méthode de recristallisation repose sur les points suivants:

- Le Choix du solvant de recristallisation
- La solubilisation de produit à purifier à chaud dans un minimum de solvant.
- La filtration à chaud pour éliminer les impuretés insolubles à chaud.
- Le refroidissement de la solution et cristallisation produit.
- La filtration à froid pour éliminer les impuretés solubles à froid.

4. Dans quel cas peut-on utiliser la recristallisation ?

On peut utiliser la recristallisation pour purifier un produit solide commercial ou de synthèse ou d'extraction.

5. Donner la différence entre cristallisation et recristallisation ?

La « *cristallisation* » est un phénomène physique par lequel les parties d'une substance qui était à l'état dissoute dans un liquide se rapprochent les unes des autres pour former un corps solide d'une figure régulière et déterminée (par exemple par diminution de température), tandis que « *recristallisation* » est méthode de purification reposant sur la différence de solubilité entre deux éléments dans un solvant.

6. Quel est le paramètre qui nous renseigne sur la pureté du produit après la recristallisation ?

La température de fusion.

7. Pourquoi on fait la filtration à chaud du composé à purifier dans le solvant de recristallisation à chaud, après avoir le solubiliser ?

Pour éviter la cristallisation de l'aspirine au contact avec le buchner et le papier filtre à froid et éliminer à chaud les impuretés.

Verreries utilisées : buchner et papier filtre chaud (on peut même ajouter la fiole à vide chaude).

8. Conclusion :

La **recristallisation** est une méthode de purification très pratique, qui demande peu d'efforts, mais parfois de la patience. Le rendement n'est jamais parfait, car il reste toujours du produit dissous dans le produit à purifier.