

Recristallisation

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de Centrale 14 :

Cependant, les opérations de séparation et de purification (extraction liquide-liquide, distillation, recristallisation, filtration) sont souvent menées de manière très approximative sans que les lois physiques permettant leur compréhension et leur pilotage ne soient totalement maîtrisées.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de CCP 09+11+12 :

Comme pour les années passées, la recristallisation pose encore d'énormes problèmes. Les candidats savent rarement **quelle quantité de solvant** est nécessaire, d'où un volume trop grand utilisé et des rendements faibles. Les notions de dissolution à chaud et cristallisation à froid ne sont pas très claires non plus. C'est l'ensemble de cette technique qu'il faudrait revoir. En particulier, Il faut que les candidats sachent que l'expression « recristalliser un produit » implique forcément une « **dissolution à chaud du produit avec le minimum de solvant, une filtration éventuelle à chaud et enfin un refroidissement lent** ». Un montage au reflux est donc nécessaire. La recristallisation est trop souvent confondue avec un simple lavage à froid ou à chaud avec le solvant.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de l'X 14 + 15 :

Le principe de la recristallisation est en général bien décrit dans les compte rendus mais sa mise en pratique est trop souvent approximative. Certains veulent l'effectuer à l'aide d'un erlenmeyer ce qui nous semble dangereux (émission de vapeurs de solvants, manipulation de solvant chaud).

Quand le montage avec un réfrigérant est bien effectué, il arrive que le chauffage soit démarré avec seulement quelques gouttes de solvant (pour « éviter d'en mettre trop ») au risque de dégrader le produit. La peur de mettre « trop de solvant » amène de nombreux candidats à attendre très longtemps entre 2 ajouts de solvant (qui doivent se faire rappelons le par le haut du réfrigérant et non en défaisant le montage) voire arrêter avant la dissolution complète du produit à purifier car ils ont déjà ajouté « trop de solvant » par rapport à ce qu'ils ont l'habitude de faire dans leur lycée. Une recristallisation bien menée est réalisée dans un ballon muni d'un

réfrigérant avec un produit recouvert d'un peu de solvant au départ lorsque ce dernier boue et que du solide est toujours présent du solvant est ajouté, et ce jusqu'à dissolution complète, le seul impératif étant d'attendre la reprise de l'ébullition entre 2 ajouts. Mener ainsi une recristallisation ne saurait durer une heure.

Dernière remarque pour la majorité des candidats c'est le choix du « bon » solvant qui garantit que le produit récupéré est pur ; rares sont ceux ayant conscience qu'ils sont à la limite de solubilité pour le produit d'intérêt mais pas pour les impuretés.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de CCP 14 + 15:

L'aspect théorique de la recristallisation est en général assez bien assimilé. En revanche, la mise en pratique de cette technique a encore posé des problèmes aux candidats. Ainsi n'ont-ils généralement pas su quelle quantité de solvant utiliser ni quelle température chauffer.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de Centrale 15 :

La recristallisation dans un bécher est inenvisageable, l'emploi d'un réfrigérant à eau est toujours préférable à celui d'un réfrigérant à air y compris quand l'eau est le solvant de recristallisation.

Rapport de l'épreuve mixte de Mines-Ponts 08 :

La quantité de solvant lors des recristallisations n'est pas toujours maîtrisée conduisant parfois à la perte du produit synthétisé.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de Centrale 08 :

Notons cependant que chez nombre de candidats, le refroidissement censé être lent lors d'une recristallisation s'apparente plus souvent à une trempe.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de CCP 12 :

Les candidats ne semblent pas comprendre qu'ils sont aussi notés sur la quantité de produit rendue.