إعادة التبلور Recrystalliztion

إعادة التبلور هي تقنية تستخدم لتنقية المركبات الصلبة.

لا يُنظر إلى إعادة التبلور بشكل عام على أنها تقنية فصل ؛ بل هو أسلوب تنقية يتم فيه إزالة كمية قليلة من الشوائب من المركب. ومع ذلك ، إذا كانت خصائص قابلية الذوبان لمركبين مختلفة بشكل كافٍ في مذيب معين، فيمكن استعمال إعادة التبلور لفصلهما ، حتى لو كانت موجودة بكميات متساوية تقريبًا. تعمل إعادة التبلور بشكل أفضل عندما تتم إزالة معظم الشوائب بالفعل بطريقة أخرى ، مثل الاستخلاص أو كروماتوجرافيا العمود.

تميل المواد الصلبة إلى أن تكون أكثر قابلية للذوبان في السوائل الساخنة منها في السوائل الباردة. أثناء إعادة التبلور ، يتم إذابة مركب صلب غير نقي في سائل ساخن حتى يتشبع المحلول ، ثم يُترك السائل ليبرد

يجب أن يشكل المركب بعد ذلك بلورات نقية نسبيًا. من الناحية المثالية ، ستبقى أي شوائب موجودة في المحلول ولن يتم دمجها في البلورات النامية (الشكل 1). يمكن بعد ذلك إزالة البلورات من المحلول بالترشيح. ليس كل المركب قابلاً للاسترداد - سيبقى بعضها في المحلول وسيضيع .

الخطوات الست المستخدمة هنا لإعادة بلورة المركب هي.

1- إجراء اختبارات الذوبان لتحديد مذيب مناسب.

2- قم بإذابة المذاب في مذيب قريب من الغليان على الأقل.

3- اترك المحلول يبرد ببطء ودون إزعاج إلى درجة حرارة الغرفة ثم ربما لدرجة حرارة الجليد.

4- جمع البلورات بالترشيح.

5- اشطف البلورات بأقل قدر من المذيب المثلج.

6- اترك البلورات تجف.

اختيار مذيبًا لإعادة التبلور:

يعد الاختيار الصحيح للمذيب جزءًا مهمًا من فن البلورة.

يجب أن يكون المذيب المثالي.

1- تكون خاملة كيميائيا تجاه المذاب.

2- قم بإذابة المذاب بسهولة عند درجة غليانه ولكن باعتدال عند درجة منخفضة درجة الحرارة (25-0 درجة مئوية).

3- يذوب الشوائب إما بسهولة شديدة أو لا يذوب على الإطلاق.

4- غير قابلة للاشتعال ومنخفضة التكلفة ومنخفضة السمية.

عمليًا لاختيار مذيب جيد ، خذ حوالي 0.1 جرام من المركب لتنقيتها (عينة نقية) ومحاولة إذابتها في 1 مل من المذيب، فإذا ذاب في المذيب البارد فلن يكون المذيب مفيدًا في إعادة التبلور، و إذا ذاب في المذيب بالتسخين ، فإن المذيب سوف يكون جيداً لإعادة التبلور. إذا لم يذب في المذيب حتى مع التسخين ، فإن المذيب لن يكون جيداً لإعادة التبلور. ومن أمثلة المذيبات التي يستخدم على نطاق واسع لإعادة التبلور هي : الماء والإيثانول والكلوروفورم ،الأثير والأسيتون والبنزين.

طريقة العمل: (تبلور حمض البنزويك)

1- قم بتسخين بعض المذيب (الماء) حتى الغليان ثم ضع المادة الصلبة (حمض البنزويك) ليتم إعادة بلورتها في دورق مخروطي الشكل.

2- صب كمية قليلة من المذيب الساخن (الماء) في الدورق المحتوي المادة الصلبة (حمض البنزويك).

3- حرك الدورق لإذابة حمض البنزويك.

4- ضع القارورة على حمام البخار ليبقى المحلول دافئاً.

5- إذا لم يذب حمض البنزويك ، أضف كمية قليلة من الماء ودوامة مرة أخرى.

6- بعد فترة تظهر بلورات في الدورق.

7- يمكنك الآن وضع القارورة في حمام ثلجي لإنهاء التبلور معالجة.

8- أنت الآن جاهز لتصفية المحلول لعزل البلورات. يزيل ورق الترشيح من قمع Buchner عند الانتهاء.

9- بعد تصفية البلورات الخاصة بك من المحلول ، ضعها على الساعة زجاج.

10- اترك البلورات تجف على زجاجة الساعة.

ملاحظات:

أ- القاعدة العامة للاذابة : الشبيه يذيب الشبيه، اعتماداً على قطبية المركب، والجدول الاتي يوضح ذلك:

Compound Class	Polarity	Appropriate solvents
hydrocarbons	nonpolar	hexane, petroleum ether
	+	toluene
ethers	+	diethyl ether
halocarbons	+	dichloromethane
esters	increasing polarity	chloroform
ketones/aldehydes	+	acetone
phenols	+	
esters	+	ethyl acetate
alcohols	+	methanol
carboxylic acids	+	methanol, acetic acid
organic salts	very polar	water

ب- وسط التبلور المثالي: حار قابل للذوبان ، بارد غير قابل للذوبان.

ت- المذيبات "الرديئة" كثيراً ما توفر ظروفاً غير مثالية للبلورة.

ث- المذيبات "الجيدة" تتطلب تركيزات عالية حتى يحدث التبلور.

ج- المذيبات القطبية أفضل بشكل عام من المذيبات غير القطبية في التبلور.

ح- يوصى غالبًا باستخدام مخاليط المذيبات.

خ- يجب اختبار العديد من المذيبات لتحديد المذيب الأمثل وظروف التبلور. يوصى عادة باختبار المذيبات بترتيب زيادة القطبية. يجب وضع بضعة مليغرامات من المادة جانبًا على شكل بلورات بذرة في حالة بطء التبلور التلقائي. غالبًا ما يستغرق حل الجزء الأكبر من العينة وقتًا ، وفي بعض الأحيان يكون الغليان في المذيب المناسب ضروريًا. تحلى بالصبر ، فإن إضافة المزيد من المذيبات ستقلل من التبلور. يجب دائمًا تحديد توازن الكتلة **:** وزن المادة قبل التبلور.

د- الترشيح filtration.

يعمل الترشيح على إزالة المواد الغريبة والشوائب غير القابلة للذوبان. يوصى بالترشيح الساخن من خلال ورق الترشيح المبلل باستمرار بواسطة مذيب مغلي جديد (عرض تجريبي). في هذه الحالة ، يتم استخدام المزيد من المذيبات لإذابة المادة ، وبالتالي تجنب التبلور في قمع المرشح. إذا كان المحلول ملونًا ، يوصى بالعلاج بالفحم المنشط. تذاب المادة في الأسيتون أو الإيثانول وتعالج بنسبة 2-4٪ بالوزن من الفحم النشط. بعد التقليب أو التسخين لمدة 10 دقائق ، يتم ترشيح المحلول من خلال مادة مسامية Celite الذي تم تعبئته في خليط زجاجي ومبلل بالمذيب. يتركز المرشح في وسط مفرغ ويتبلور.

ذ- التبلور crystallization

للحث على التبلور ، يجب أن يصبح المحلول مفرط التشبع. يمكن تحقيق ذلك بالطرق التالية:

أ) التبريد البطيء لمحلول ساخن مشبع لدرجة حرارة الغرفة أو أقل.

ب) التبخر البطيء للمذيب عند درجة حرارة الغرفة في وعاء مفتوح.

ج) إضافة قطرة من مذيب "ضعيف" لكن قابل للامتزاج حتى يلاحظ التعكر (التشبع) ، ثم

خلطات المذيبات الشائعة هي: الأثير - الهكسان ، ثنائي كلورو ميثان - الهكسان ، الأثير - الأسيتون ، الأسيتون - الماء ، الميثانول - الماء.

يجب أن يكون المذيب الأفضل في نظام ثنائي هو صاحب الغليان الاوطأ.

التبلور ليس دائمًا تلقائيًا. من حين لآخر ، هناك حاجة إلى حافز إضافي مثل:

أ) إضافة بلورة بذرة

ب) الخدش الدقيق للسطح الداخلي للسفينة بقضيب زجاجي

ج) التجميد السريع في الجليد الجاف أو النيتروجين السائل

بشكل عام ، يجب أن يبدأ التبلور عند 50 درجة مئوية تحت درجة انصهار المادة لتجنب التزييت. في حالة "نفاد المذيب" من العينة بشكل متكرر ، يمكن أن يساعد في كثير من الأحيان تبخر وتبريد محلول أكثرتخفيفاً.

4. فصل البلورات عن السوائل الأم

يتم ترشيح السوائل الأم من خلال مزيج محبب زجاجي (تجنب الورق!) مع الشفط. في التبلور على نطاق صغير ، يمكن إزالة المادة الطافية باستخدام ماصة. يتم غسل البلورات في كلتا الحالتين بمذيب بارد من نفس تركيبة المحلول الأم.

5. تجفيف البلورات

يتم تجفيف البلورات بالهواء لفترة وجيزة باستخدام الشفط ، ثم يتم تجفيفها بوزن ثابت في دورق ترشيح بجدران ثقيلة ، أو دورق ذو قاع دائري ، أو مجفف في فراغ عالي. من حين لآخر ، يتم دمج جزيئات المذيبات في الشبكة البلورية ويكون التسخين تحت التفريغ ضروريًا (حتى 50 درجة مئوية تحت درجة حرارة الغرفة). يجب تجفيف البلورات التي يتم الحصول عليها من المذيبات البروتونية (الماء والكحول) في مجفف مفرغ الهواء فوق عامل تجفيف (P_2O_5 أو H_2SO_4).

6. معايير النقاء

يجب التحقق من نجاح التبلور من خلال استخدام واحد أو أكثر من المعايير التالية.

نقطة الانصهار

نقطة الانصهار هي المعيار الأكثر استخدامًا للنقاء لإعادة التبلور. يمكن أن تؤدي الكميات الصغيرة من الشوائب إلى انخفاض كبير في درجة الانصهار. يجب تكرار إعادة التبلور حتى تصبح نقطة الانصهار ثابتة. غالبًا ما يؤدي تغيير المذيبات إلى تحسين التنقية الشاملة. يجب تحديد نقاط الانصهار فقط من البلورات الجافة المسحوقة بمعدل 2 درجة / دقيقة خلال نطاق الانصهار.

تعمل إعادة التبلور بشكل أفضل عندما:

كمية الشوائب صغيرة ،منحنى الذوبان للمذاب المطلوب يرتفع بسرعة مع درجة الحرارة كلما كان معدل التبريد أبطأ ، زاد حجم البلورات. عيب إعادة التبلور هو أنها تستغرق وقتًا طويلاً. أيضًا ، ويحصل فيها فقدان جزء كبير من المادة المطلوب تنقيتها.

من المهم جدًا استخدام المذيب المناسب. لا يمكن تحديد ذلك إلا عن طريق التجربة والخطأ ، بناءً على التوقعات والملاحظات. يجب أن يكون المحلول قابل للذوبان في درجات حرارة عالية وغير قابل للذوبان في درجات حرارة منخفضة. الميزة أو إعادة التبلور هي أنه عندما يتم تنفيذها بشكل صحيح ، فهي طريقة فعالة للغاية للحصول على عينة نقية من بعض المنتجات ، أو التعجيل.