التجربة الثالثة

البلورة وأعادة البلورة : Crystallization and recrystallization :

تعرف البلورة بأنها عملية فصل جسم صلب بشكل بلوري من محلول متجانس له في مذيب . اما أعادة البلورة فهي أذابة البلورات الناتجة عن عملية البلورة في مذيب مناسب ثم أعادة تشكيلها للحصول عليها بحالة اعلى نقاوة .

تعد البلورة وأعادة البلورة من الطرق المهمة في مجال تنقية المركبات العضوية الصلبة من الشوائب حيث نضطر الى أعادة بلورة المركب المحضر . وربما اكثر من مره للحصول على النقاوة المطلوبة .

تعتمد هذه الطريقة على أذابة المادة المراد أعادة بلورتها أو تنقيتها في المذيب المناسب مع التسخين ومن ثم ترشح المحلول الساخن لفصل الشوائب العالقة وتركه يبرد . وعادة يتم التسخين على حمام مائي لان اغلب المذيبات العضوية المستخدمة لأعادة البلورة سريعة الاشتعال ويجب الانتباه الى كمية المذيب المأخوذة بحيث تكون كافية لأذابة المادة المراد أعادة بلورتها .

عملية البلورة تتوقف بشكل اساسي على اختيار المذيب المناسب وبشكل عام يجب ان يتمتع المذيب ببعض الصفات الخاصة اهمها :

١- ان تكون ذوبانية المادة الصلبة في هذا المذيب عالية على الساخن(في درجات الحرارة العالية) وضئيلة على البارد .
٢- ان تكون الشوائب قابلة للذوبان في المذيب وهو بارد حتى يتم فصلها والتخلص منها في خطوة الترشيح الاخيرة أو لاتذوب فيه نهائياً بعد التسخين وبذلك يتم فصلها بالترشيح الاول اي بعد تسخين المادة مع المذيب في الخطوة الأولى .
٣- ان يكون المذيب متوسط او سريع التطاير حتى يتم تجفيف البلورات بسهولة وتعيين درجة انصهارها .
٤- ان يكون المذيب غير سام (قدر الأمكان) .
٥- ان يكون خاملاً كيميائياً بالنسبة للمادة المخلة .
٦- ان يعطي بلورات جيدة التشكيل للمركب النقي .

فأختيار المذيب المناسب في أعادة البلورة يتوقف على تركيب المركب ويتم على اساس قاعدة الذوبانية المعروفة(الشبيه يذيب الشبيه) فالمركبات القطبية التي تحتوي على مجاميع هيدروكسيل

أو كاربونيل أو امينات أو احماض كاربوكسيلية فأنها تذوب في الماء والكحولات وذلك عن طريق تكوين روابط هيدروجينية مع المذيب بينما المركبات التي لاتحتوي على مجاميع قطبية فأنها أكثر ذوباناً في الايثر البترولي والبنزين ورباعي كلوريد الكاربون والدايوكسان وهناك مذيبات اخرى لهاخصائص مشتركة مثل الاسيتون الذي يذيب النوعين من المركبات .

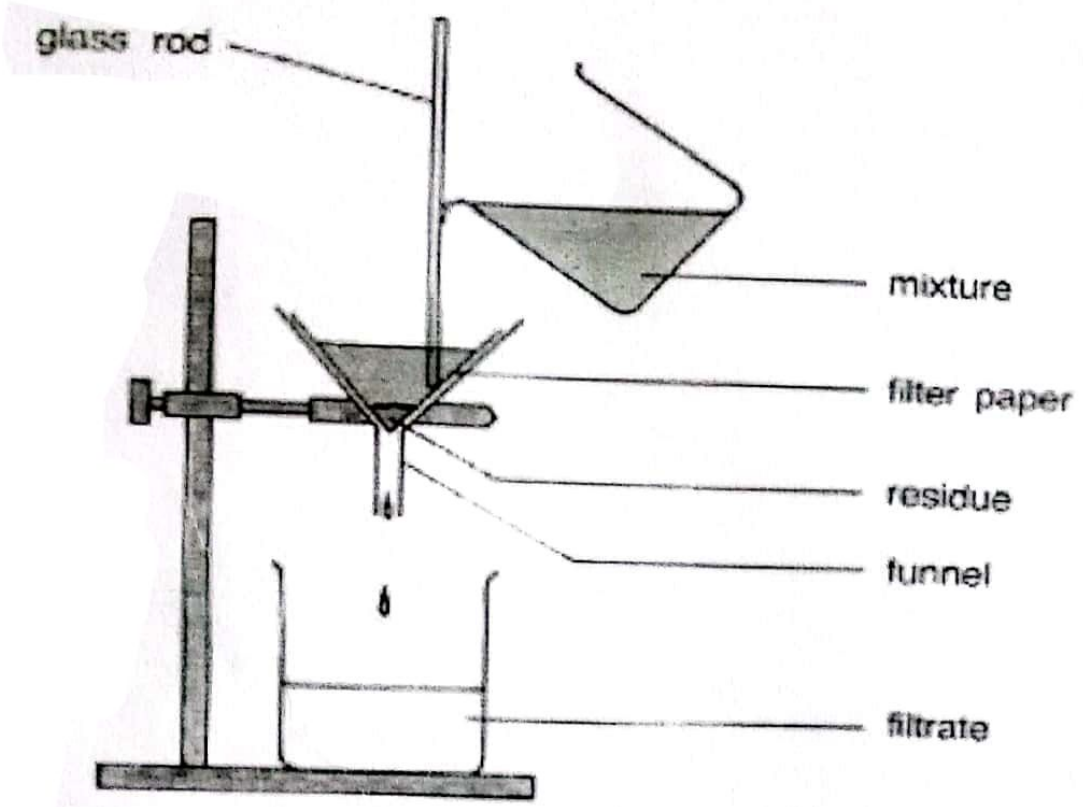
احياناً عملية أنفصال البلورات من المحاليل قد تتأخر او قد لاتتم نهائياً في هذه الحالة نتبع احدى الطرق التالية :

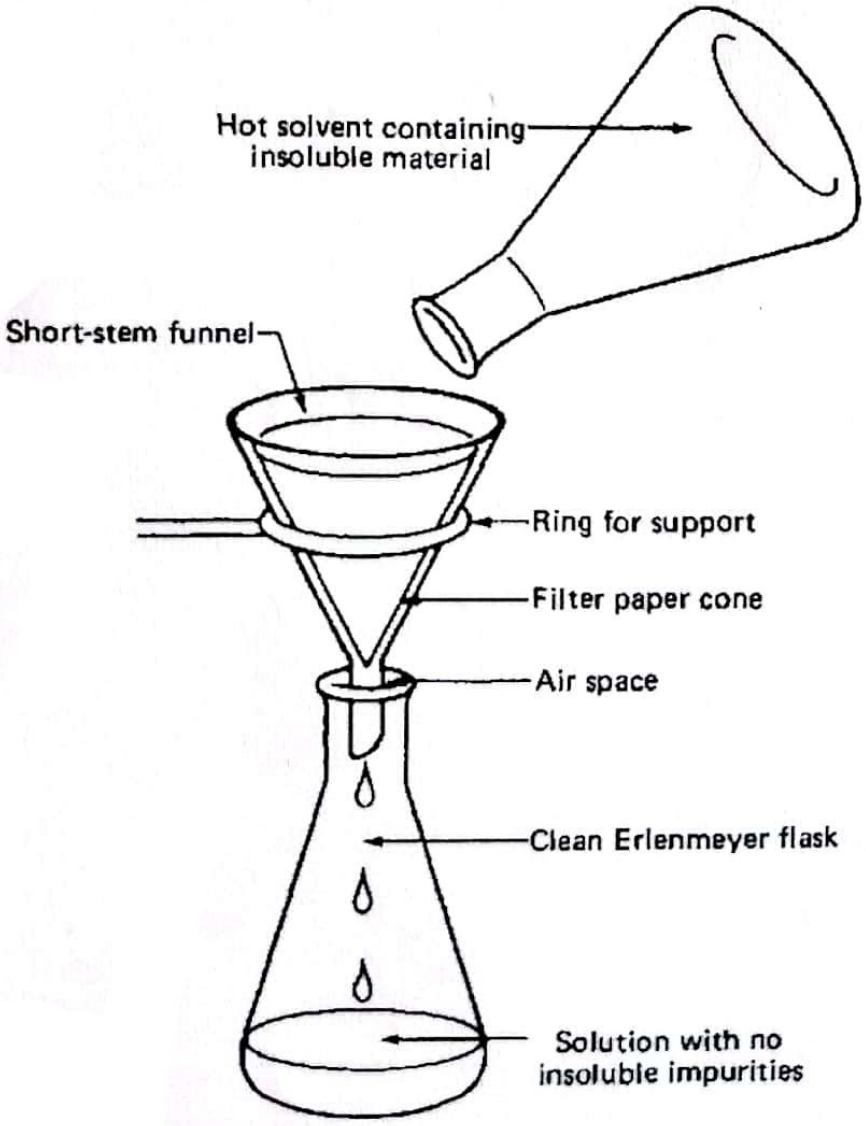
١- يجب عمل احتكاك مابين جدران الدورق الذي يحتوي على المحلول مع محرك زجاجي أو معدني .
٢- أضافة عدة بلورات من المركب النقي ان كان متوفراً .
٣- أضافة مذيب اخر قابل للامتزاج مع المذيب الأول وأقل تذويباً للمركب المطلوب والتعكير الناتج في البداية يمكن ازالته بالرج نستمر بأضافة المذيب ويسخن المحلول حتى يتكون تعكير ثابت يعمل كنواة لتجميع الجزيئات الاخرى حولها بشكل بلوري اثناء التبريد البطيء للمزيج .

في حالة صعوبة اختيار المذيب المناسب لذوبان المركبات العضوية سوف يتطلب اختيار مذيبات اعلى في السلسلة الكاربونية حيث ان ارتفاع درجات غليانها قد يساعد على الذوبان .

<u>طريقة العمل</u> :

١- ضع (٢غم) من حامض البنزويك في دورق مخروطي مناسب .
٢- سخن (٥٠مل) من الماء المقطر.
٣- أضف اقل كمية من الماء المغلي على الحامض مع التحريك بمحرك زجاجي(التسخين الى أن يذوب) .
٤- جهز دورق مخروجي وضع عليه قمع بدون ساق يحتوي على ورقة ترشيح .
٥- بلل ورقة الترشيح مع القمع والدورق المخروطي بالماء الحار ثم رشح المحلول الساخن على هيئة دفعات .
٦- اترك الدورق يبرد ببطئ وبدون تحريك ثم برد بأستخدام حمام ثلجي .
٧- أجمع البلورات عن طريق الترشيح بأستخدام قمع بخنر.
٨- جفف البلورات واحسب وزنها .
٩- احسب النسبة المئوية للناتج .


glass rod
mixture
filter paper
residue
funnel
filtrate


Hot solvent containing
insoluble material
Short-stem funnel
Ring for support
Filter paper cone
Air space
Clean Erlenmeyer flask
Solution with no
insoluble impurities