التجربة (03): إعادة البلورة (Recrystallization).

مقدمة:

المواد النقية هي مواد تحتوي على جزيئات لها نفس التركيب الكيميائي. لكن للأسف، معظم المركبات الكيميائيةِ المحضرة أو المستخلصة من مصدر طبيعي تحتوي على العديد من الشوائب (غير نقية)، ومن هنا لابد من إيجاد طرق كيميائية للحصول على المواد في صورة نقية. من أهم هذه الطرق طريقة إعادة البلورة.**recrystallization**.

إعادة البلورة هي طريقة تستخدم لتنقية المواد الصلبة اعتماداً على اختلاف الذوبانية للمادة المراد تنقيتها والشوائب في مذيب ما (مذيب تنطبق علية شروط إعادة البلورة). حيث تتم عملية إعادة البلورة عن طريق إذابة المادة المحتوية على الشوائب في مذيب (يذوب المادة عند درجة حرارة عالية) و عندما يترك المذيب ليبرد تدريجيا تبدأ جزيئات المادة المراد تنقيتها بالتجمع و التبلور مخلفة وراءها الشوائب في المحلول.

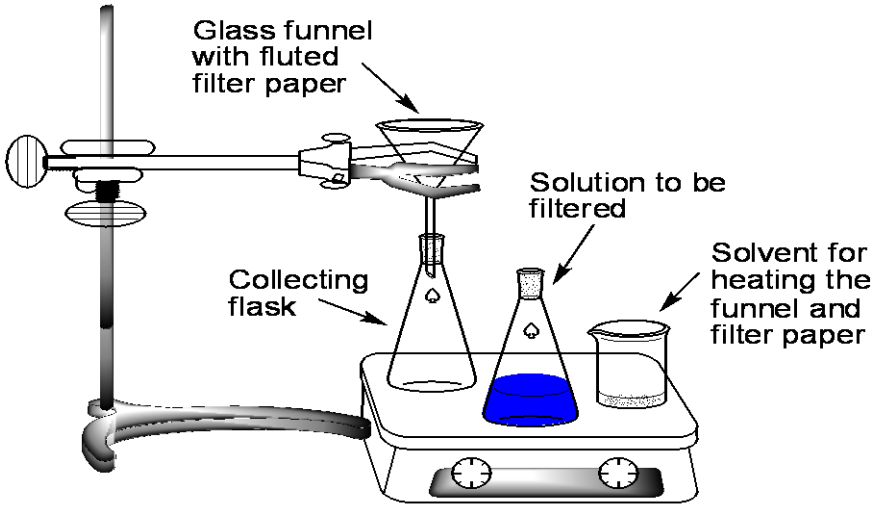
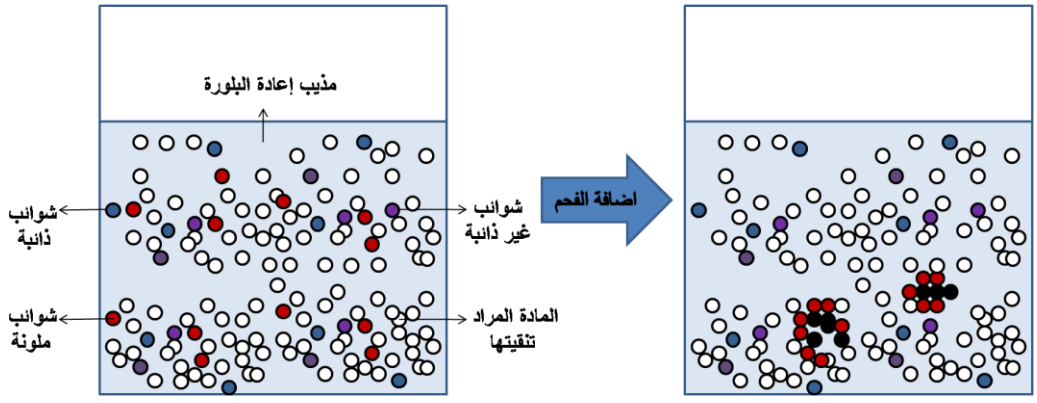
شروط مذيب إعادة البلورة:

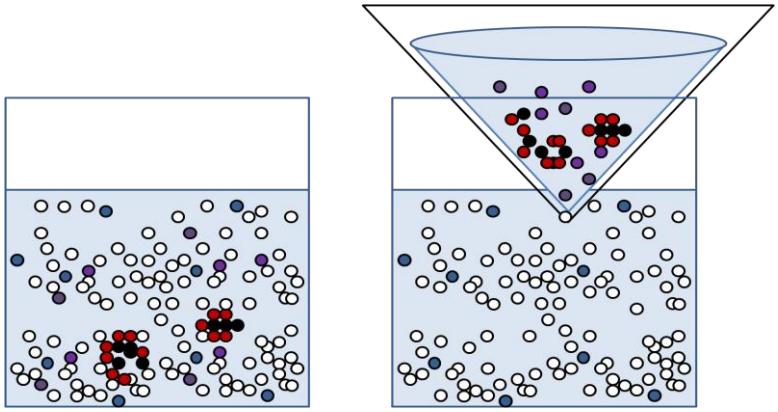
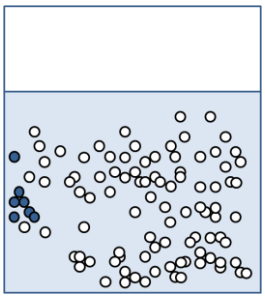
١. أن لا يتفاعل المذيب مع المادة المراد تنقيتها.
٢. أن يذيب المركب عند تسخينه إلى درجة غليانه.
٣. أن لا يذيب المركب عند درجة حرارة الغرفة.
٤. أن تكون درجة غليان المذيب منخفضة نسبياً لكي يسهل التخلص من المذيب بالتبخير و الحصول على البلورات.
٥. أن لا يذيب الشوائب.
٦. أن لا تزيد درجة غليان المذيب عن درجة انصهار المادة المراد تنقيتها

الهدف من التجربة:

- تنقية المواد من الشوائب.

خطوات التجربة (Experimental Procedures):

الخطوة	الإجراء
1	اختيار المذيب المناسب لعملية إعادة البلورة (في هذه الحالة الماء)
2	إذابة العينة المراد تنقيتها (في هذه الحالة حمض البنزويك benzoic acid) من تجربة الاستخلاص: جهزي دورقين مخروطية (كما في الشكل):  **الدورق الأول:** - انقلي 2 gm من حمض البنزويك benzoic acid (ملعقة تقريبا) في الدورق المخروطي. - أضيفي 20-40 mL ماء مقطر إلى المادة. - إذا كانت المادة تحتوي على شوائب ملونة يمكنك إضافة كمية بسيطة من الفحم النشط للتخلص من الشوائب الملونة.  **الدورق الثاني:** - ضعي ما يقارب 10 mL من مذيب إعادة البلورة (ماء) في الدورق و ضعي علية قمع (بدون ساق) يحتوي على ورقة ترشيح (لها نفس مقاس القمع) و بللي الورقة بالمذيب (الماء في هذه الحالة) **ضعي الدورقين على سخان كهربائي و حركي المادة بساق زجاجية حتى تذوب المادة تماما.**

الخطوة	الإجراء
3	**الترشيح المبدئي** - بعد تذويب المادة على السخان الكهربائي، رشحي المحلول المتكون في الدورق المستقبل (للتخلص من الشوائب الغير ذائبة). **عند الترشيح يجب مراعاة الأتي:** - أن تكون درجة حرارة المستقبل (الدورق والقمع و ورقة الترشيح) مرتفعة أي أن جميع الأدوات يجب أن تكون على السخان وذلك لمنع ترسب المادة المراد تنقيتها على سطح ورق الترشيح إذا كانت درجة حرارة المستقبل اقل. - أن يتم الترشيح على هيئة دفعات صغيرة لكي لا يتعرض المحلول للهواء البارد فتترسب المادة المراد تنقيتها على ورقة الترشيح. 
4	تبريد المحلول و تكون البلورات: اتركي الدورق يبرد ببطء و بدون تحريك حتى تتكون بلورات المادة العضوية. ملاحظة: تحريك المحلول يؤدي إلى تكسر البلورات و التبريد السريع (باستخدام الحمام الثلجي) يسرع من عملية تجمع البلورات فتحجز بين جزيئاتها الشوائب. 
5	الترشيح بالبخنر: رشحي البلورات المتكونة باستخدام قمع البخنر و احتفظي بالراسب النقي و يتم التأكد من النقاوة من خلال تجربة melting point determination, TLC (using methylene chloride as eluent)