

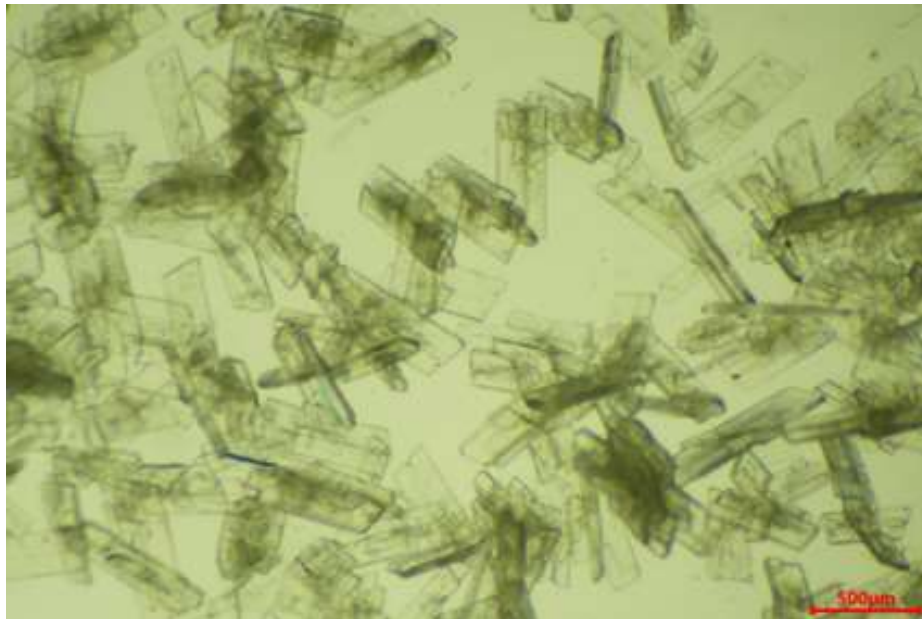
走进结晶8 | 单晶怎么培养？细说单晶培养的数种方法



叶上初阳Eric

20 人赞同了该文章 ›

对于很多做晶体材料研究的同学，以及做药物制剂或者仿制药研究的来说，培养单晶可以说是没有办法跨过的一个环节。做晶体材料研究需要晶体结构进行晶体性质的分析，做药物制剂或者仿制药则需要控制晶型或者筛选出多晶型/溶剂化物等等。这期走进结晶，就给大家介绍一下小编经常使用的或者听说过的单晶培养方式。

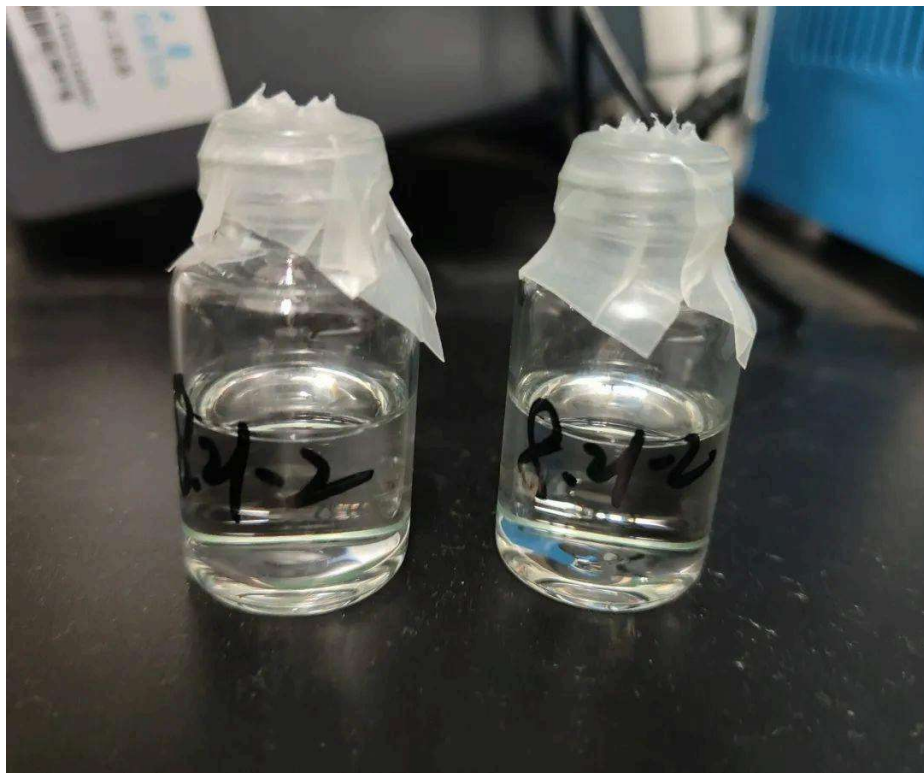


小编养的晶体

一、缓慢挥发法⁺

缓慢挥发法，属于是最为常见的晶体培养方式了，也就是将溶质溶解于溶剂当中然后用针头过滤器过滤得到饱和清液，至于静处缓慢挥发溶剂析晶。这种方法就要求溶剂有比较好的挥发性，常用的溶剂包括醇类（甲醇、乙醇）、酯类（乙酸乙酯）、乙腈、氯代烷烃（二氯甲烷、三氯甲烷、二氯乙烷）、丙酮等。缓慢挥发法的关键在于对挥发速度的控制，实验室的方法通常是使用小玻璃瓶培养，然后用封口膜封住，用针头戳孔，通过戳孔的数量来控制挥发速度，如果没有封口膜，用保鲜膜封住戳孔也可以。其次需要注意的是，溶剂对于溶质的溶解度不能过大也不能过小，单一溶剂溶解度不合适的话，还可以尝试用混合溶剂。

缓慢挥发法操作简单方便，可以批量培养，但其也有缺点，那就是培养条件是不可控的，虽说是批量，但是挥发速度其实是有差异的。所以我们可以发现并非是每一瓶都可以养出好的晶体，当然也可以利用挥发速度的差异尝试得到多晶型。

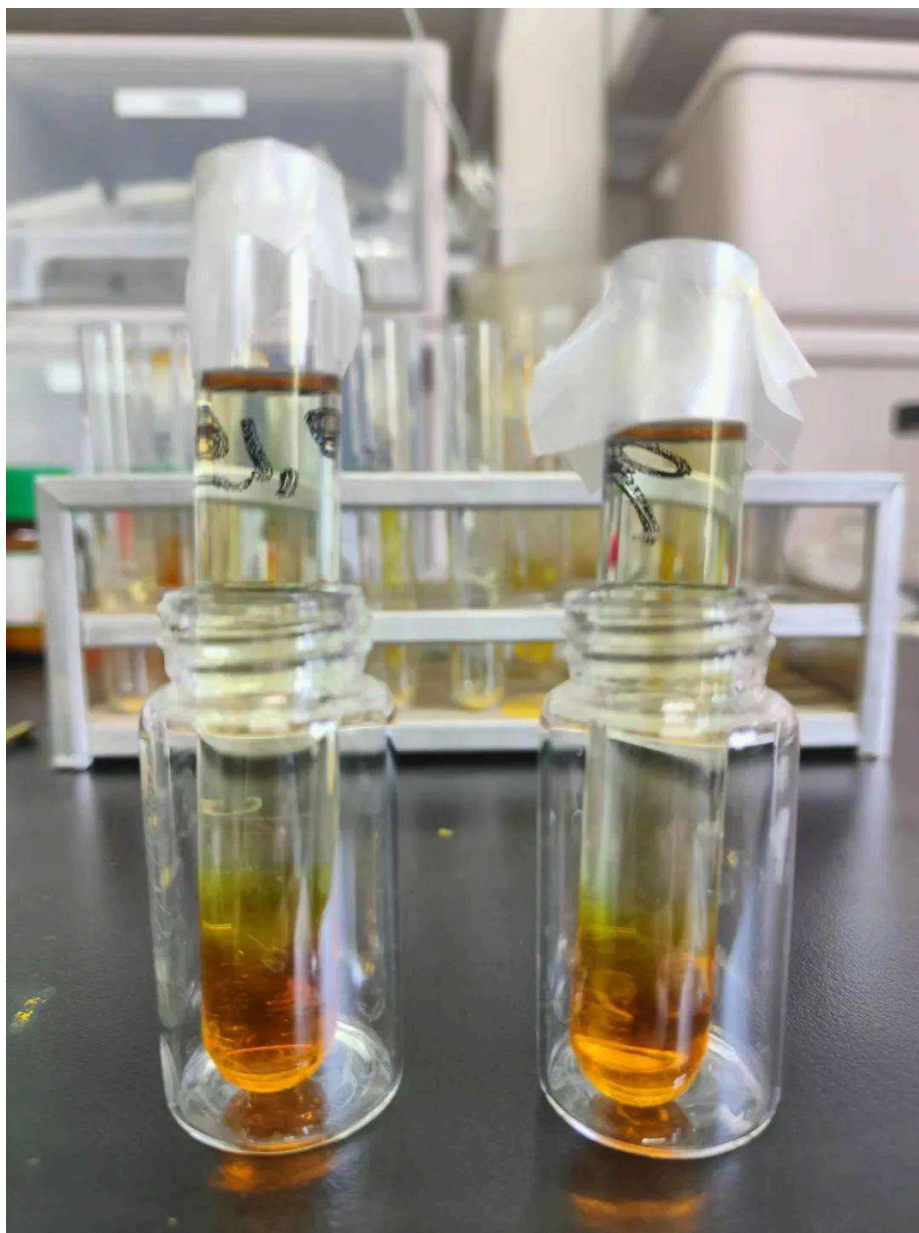


缓慢挥发

二、溶剂扩散法⁺

溶剂扩散法，利用的是物质在不同溶剂之间的溶解度差异实现析晶。溶剂扩散法需要两个溶剂，一个**叫良溶剂（溶质溶解度很大）**，一个**叫反溶剂（溶质溶解度很小）**。**良溶剂的密度一般要比反溶剂高，且良溶剂与反溶剂需要可以互溶**。溶剂扩散法的培养方式一般如下：将溶质溶解于良溶剂获得饱和或者接近饱和的溶液，置于试管或者其他管式容器的底部，然后在其上方沿器壁缓慢加入反溶剂（缓慢即要求良溶剂和反溶剂有较为明显的分界线，减少前期的混合）。置于静处让反溶剂缓慢扩散与良溶剂混合，在扩散过程降低了溶解度导致析晶。

溶剂扩散法的常见组合为氯代烷烃（良溶剂）-正庚烷/正己烷（反溶剂）。溶剂扩散法操作起来更困难一些，但是培养结果较为稳定，因为其依靠的扩散过程不太受环境的影响。



溶剂扩散示例

三、降温结晶法⁺

降温结晶法，其实就是依靠溶解度随温度的变化实现的结晶方式，使适用的场合就是溶解度能够随温度的升高而升高。这不仅依赖于溶质本身的性质，也依赖于选择的溶剂/混合溶剂。但是降温结晶法是一种非常稳定的晶体培养方式，非常容易进行重复实验。如果实验室具有冰机或者其他升降温冷却设备，推荐尝试降温结晶法培养单晶。

如果溶解度随着温度的升高而降低，那么可以尝试升温结晶法。



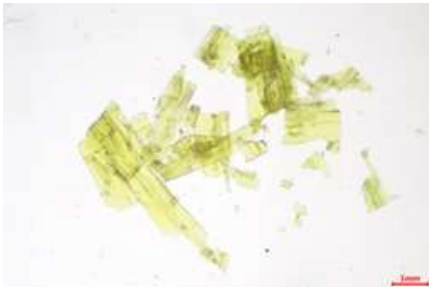
小编养的晶体

四、升华法⁺

升华法所使用的地方比较少，如果物质具有升华特性，那么就可以尝试升华结晶。

五、其他方法

上述方法基本上属于有机晶体的常规培养方法，此外还存在一些比较少见的或者用于特定领域的单晶培养方式，比如：[接触界面结晶](#)⁺、[水热结晶法](#)⁺、[气相沉积法](#)⁺。接触界面结晶和水热结晶法常用于有机-无机配合物结晶，简要说明一下接触结晶法，配合物极易由二种或二种以上的物种合成，选择性高且所形成的配合物很难找到溶剂溶解，则可使原料缓慢接触，在接触处形成晶核，再长大形成单晶。接触结晶法可以使用U形管或者其他玻璃器皿来进行。而气相沉积法则常用于半导体或者金属材料领域。



小编养的晶体

六、总结

以上就是单晶培养方式的介绍，主要说的是有机物小分子的结晶方式。其实不同的单晶培养方法就是用不同的方式来缓慢增大推动力，跨越成核能垒实现结晶。建议大家不同的单晶培养方法同时进行尝试，尤其是如果你需要进行多晶型的培养，因为不同的单晶培养方式有可能获得不同的晶型。

注：文章首发公众号“[化工研学社](#)”，欢迎关注，也欢迎化工行业科研人员投稿最新科研成果！

发布于 2024-02-24 10:57 · IP 属地天津

内容所属专栏



走进结晶
分享药物结晶、工业结晶相关知识

订阅专栏

单晶

写下你的评论...

1 条评论

默认 最新



臭屁公主

您好，想请教一下，批量养出单晶后，对于单晶的取放有什么好建议吗？因为培养出的单晶肯定是为后续实验所用，怎么把长出的单晶在不被破坏的情况下，从溶剂中取出来呢？感谢
2024-11-14 · 北京

回复 1

推荐阅读



结晶工艺方法开发，看这里！
深圳新阳唯... 发表于晶型研究

结晶那么美丽，原来跟它的原理有很大关系
01概述 由于固体物料便于储存和运输，因此众多化工产品都以晶体形式在市场出售，故结晶是一个重要的工业加工过程。这种过程的广泛应用，是因为高度净化的有吸引力的化学固体，能经过简单的...
微井科技



【元素杂谈-连载31】水晶的灵魂——硅
Abnor... 发表于元素杂谈—...



晶体
黄毓... 发表于元素杂谈—...

