

单晶经验简单总结

长单晶经验简单总结

最近，一个体系衍生了好几个方向，每个方向都需要长单晶，解析结构。把之前的一些经验总结一下。

1、低温缓慢挥发。一般保持在-20度，用微量真空缓慢抽去溶剂。通常24~48小时里就可以见到结果，成不成。这个方法需要注意添加液氮和干冰。此方法适于室温和空气中不太稳定的化合物。

2、高温溶解缓慢降温。通常采取高沸点的溶剂溶解样品，然后用铝薄膜包住整个油浴，停止加热，令其温度缓慢下降到室温，再保持1到2天，让过饱和的溶液尽量结晶出来。这个方法需要注意，降温不能太快，还有溶液的浓度。此方法适合于化合物溶解度差异比较大，而且对无水无氧要求的化合物比较合适。

3、混和溶剂挥发。用易挥发良溶剂溶解样品，然后小心加入不良溶剂，尽量保持分层状态，令其自我缓慢扩散。这个方法需要注意溶剂搭配选择。

4、简单挥发。也就是用溶剂溶解之后，用 septum 封住，然后插根细针头，令其缓慢挥发。

5、浓缩。样品溶解于溶剂之后，加一个90度弯管和一个接受瓶。整个体系稍微抽一点点真空，接受瓶用干冰冷却，令溶剂蒸气在接受瓶里面缓慢冷凝下来，直到有单晶形成。这个方法需要注意冷凝速度，太快不能得到单晶。

6、溶剂扩散。这是上面(3)的变通。加工一底下细瓶颈的带 teflon stopper 的长管。用良溶剂把少量样品溶解，转入长管，体积大概1~2 mL，加的量刚好在细瓶颈中间。然后直立长管，在上面加入不良溶剂直到接近上面的出口，堵死。之后，小心令长管直立绑在没有振动的地方，让溶剂缓慢相互扩散。此方法适合于少量样品，无水无氧操作。

7、核磁管办法。这个跟上面的(4)差不多，量少而且需要耐心等待。

8、冰箱冷冻。通常比较难于结晶的样品，室温下配成接近饱和溶液之后，放入冰箱，令其缓慢结晶。

总之，长单晶需要耐心和不断尝试不同的办法。同时，还得注意样品的纯度和稳定性来决定采取什么方法。