

Techniques for washing the supports used for copper chloride crystallisation with additive

Jean-Georges Barth, Jean Roussaux, Andreas Wilkens and Michael Jacobi

Zusammenfassung

Es werden zwei Waschverfahren für Platten, die zur Kupferchloridkristallisation im Beisein eines Zusatzes gebraucht werden, vorgestellt. Das eine benutzt zunächst ein Bad mit einer verdünnten Lösung eines Reinigungsmittel (RBS), das andere lediglich zweimaliges Waschen in kochendem destilliertem Wasser. Die Anfangszeiten der Kristallisation (t_1) sind wenig gestreut, aber ihre Mittelwerte unterscheiden sich deutlich je nach Waschmethode. Die Streuungsindices, die angeben wie viel Schalen im Bereich von ± 30 min um die Mediane t_M (Ni), oder im Bereich von 60 min nach Kristallisationsbeginn in einer Serie von Schalen (N60), sind hoch. Der Unterschied zwischen den Waschmethoden ist nicht signifikant für Ni, schwach signifikant für N60. Die zwei Methoden sind gleichwertig in Bezug auf die Qualität der Kristallisationsbilder und deren Lesbarkeit. Die Textur-Kristalle sind jedoch feiner mit der ersten Methode; die Ursache dafür sind RBS-Rückstände, die mit der Tropfbildmethode nachgewiesen wurden. Beide Waschverfahren sind besonders einfach und schnell und können die Vorbereitung der Platten für die Kristallisation sehr erleichtern.

Summary

Two methods are presented for washing plates used for crystallisation with additive. The first involves an initial bath containing a dilute solution of detergent (RBS), the second uses only two successive baths of boiling distilled water. The times of appearance of the first crystal nuclei (t_1) vary only slightly but their means differ significantly according to the washing method. The indices of variability, which comprise the number of dishes within a 30 minute period around the median t_M (Ni), or for 60 min from the appearance of the first nucleus in a series of dishes (N60), are high. The difference between washing methods is not significant for Ni, but is significant, though only slightly, for N60. The two methods are equivalent regarding the quality and readability of the crystallograms. An increased fineness of the crystals which compose the texture due to the presence of traces of RBS (detected by the hydrodynamic method), is however observable with the first method. These two methods, particularly simple and rapid, should greatly facilitate the preparation of the supports used for crystallisation.

Résumé

Deux méthodes de lavage des plaques destinées à la cristallisation avec additif sont proposées: la première fait intervenir un bain initial dans une solution diluée de détergent (RBS), la seconde uniquement deux bains successifs d'eau distillée

bouillante. Les temps d'apparition des premiers germes cristallins (t_1) sont peu dispersés mais leurs moyennes diffèrent significativement selon la méthode de lavage. Les indices de dispersion, qui rendent compte du nombre de coupelles comprises dans l'intervalle de 30min autour de la médiane t_M (Ni) ou de 60 min à partir de l'apparition du premier germe dans une série de coupelles (N60) sont élevés. La différence entre méthode de lavage n'est pas significative pour Ni, alors qu'elle l'est, mais faiblement, pour N60. Les deux méthodes sont équivalentes en ce qui concerne la qualité des cristallogrammes et leur lisibilité. Une finesse plus grande des cristaux de texture, due à la présence de traces de RBS (détectées par la méthode hydrodynamique), est toutefois observable avec la première méthode. Ces deux méthodes, particulièrement simples et rapides, devraient faciliter grandement la préparation des supports destinés à la cristallisation.

Introduction

A preceding paper (Barth *et al.* 2011) showed that isotropy of the air surrounding the crystallisation dishes allows a reduction of variability in the times of appearance of the first nucleus (t_1) and correspondingly improves the morphological homogeneity of the crystallograms of a series with the same additive. Isotropy was obtained by radial symmetry in the crystallisation apparatus (CA) and by controlling the trajectory and flow rate of the air passing through it. The variability of the results was estimated by determining the coefficient of variation (CV) and by counting the number of dishes in a series whose values of t_1 occur within the interval of 30 min around the median ($t_M \pm 30 \text{ min} = \text{Ni}$) and within the periods defined by t_1 of the first dish + 60 min (N60) or + 90 min (N90). The relatively small number of dishes within Ni (170 / 225) and within N60 (136 / 225) and the significantly different results produced by these two indicators raised the possibility that these anomalies depended on the surface characteristics of the dishes and thus on the methods used for washing the supports.

For carrying out the hydrodynamic method, a method capable of detecting traces of surfactants, Wilkens (Wilkens *et al.*, 2000) described the principles and the details of operation of cleaning according to the nature of the constituents to be removed. These principles also apply to the method of washing the supports used for crystallisation with additive. Most methods involve a treatment stage with an alkaline reagent, sometimes associated with mechanical action, followed by a stage called 'neutralisation' with an acidic solution, which may be an oxidant (Table 1). These two stages are separated by rinsing under running water, or in demineralised or distilled water. Most commonly the alkaline bath is a commercial preparation possibly containing detergents, as is the case for RBS (Westman and Karlson, 2000). The acid bath may contain concentrated chromic acid (Fritz, 2011),