

CHROMATOGRAFIA CIENKOWARSTWOWA (TLC)

I. Rozdzielanie aminokwasów

1) Przygotowanie komory chromatograficznej

Do komory chromatograficznej wyłożonej bibułą nalewa się mieszaninę rozpuszczalników: propanol-1 – amoniak (7:3) (układ rozwijający), aby grubość warstwy wyniosła 0,5 cm. Komorę zamknąć i odstawić na kilkanaście minut celem nasycenia jej parami rozpuszczalników.

2) Przygotowanie chromatogramu

Na płytce chromatograficznej zaznaczyć delikatnie ołówkiem linie startu w odległości ok. 1 cm wzdłuż krótszego boku płytki.

3) Nanoszenie substancji

Za pomocą cienkiej kapilary na linii startu w równych odległościach nanieść kolejne roztwory wzorcowe aminokwasów i ich mieszaninę. Plamki można suszyć ostrożnie zimnym strumieniem powietrza.

4) Rozwijanie chromatogramu

Płytkę włożyć do uprzednio przygotowanej komory chromatograficznej tak, aby dolna krawędź była w momencie zanurzenia możliwie równoległa do powierzchni cieczy w komorze. Należy zwrócić uwagę, aby krawędzie boczne nie dotykały ścian komory, gdyż powoduje to nierównomierne wznoszenie się rozpuszczalnika na wysokość około 0,5 cm od góry. Płytkę należy następnie wyjąć, zaznaczyć czoło rozpuszczalnika i wysuszyć dokładnie suszarką.

5) Wywołanie chromatogramu

Wysuszoną płytkę ustawić w pozycji pionowej i spryskać roztworem ninhydryny. Następnie wstawić płytkę do suszarki o temp. 105°C na około 10 min. Zaznaczyć plamki odpowiednich aminokwasów.

ZESTAW AMINOKWASÓW:

I DL-alanina

III L-lizyna

II L-leucyna

IV mieszanina aminokwasów

II. Rozdzielanie izomerów nitroaniliny

Wykonać analogicznie jak przy rozdziale aminokwasów. Jako układ rozwijający zastosować mieszaninę benzen:octan etylu (4:1). Plamki związków są barwne i wywołanie nie jest konieczne.

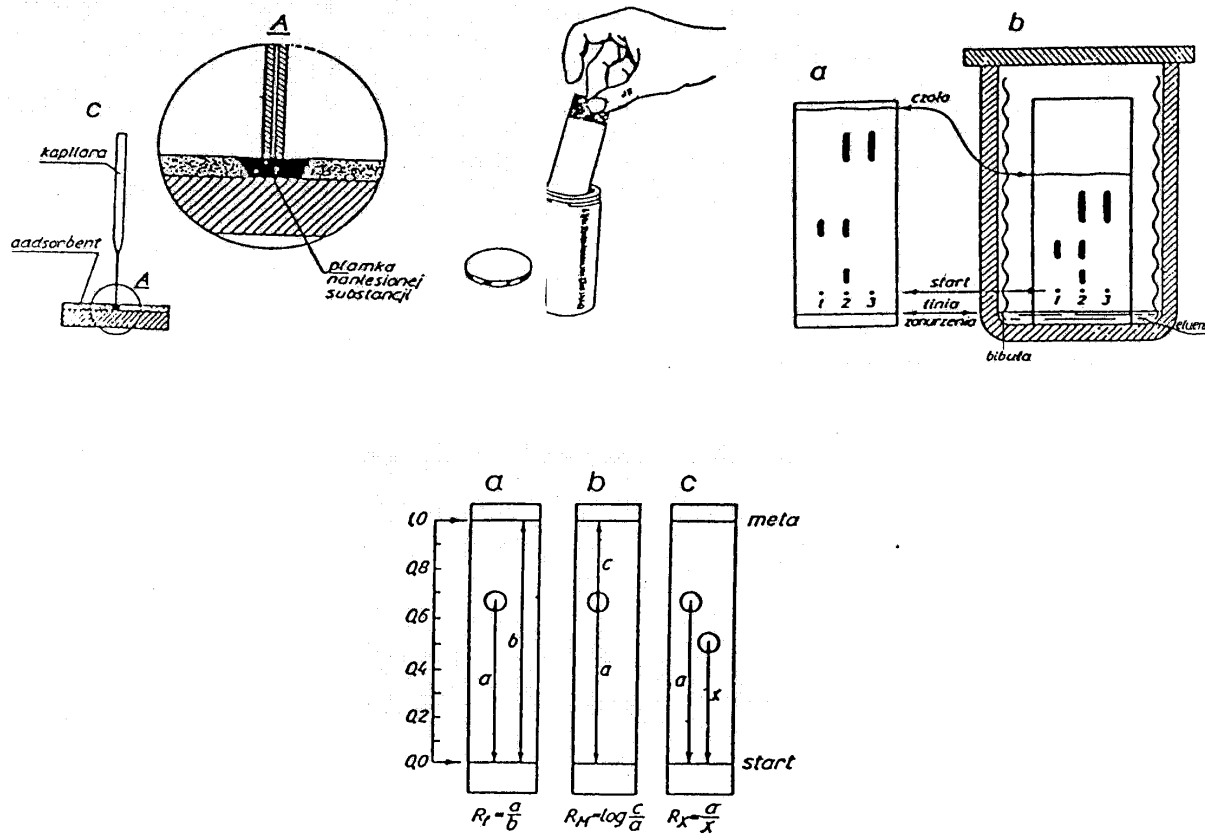
Roztwory do nanoszenia:

I o-nitroanilina

II m-nitroanilina

III p-nitroanilina

IV mieszanina wszystkich izomerów

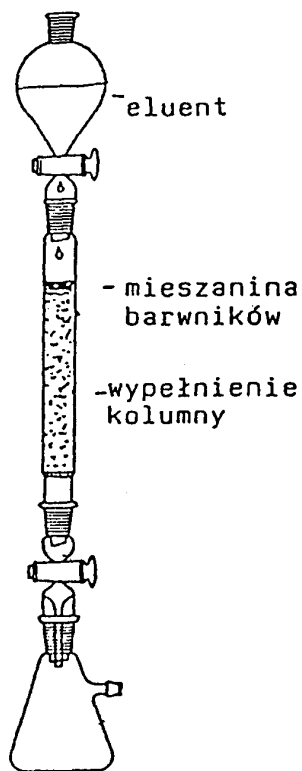


Rys. 1. Wygląd chromatogramu i definicje niektórych wielkości stosowanych w chromatografii cienkowarstwowej

CHROMATOGRAFIA KOLUMNOWA

Na dnie kolumny chromatograficznej umieszczamy niewielką ilość waty i napełniamy silikazalem do $\frac{3}{4}$ wysokości. Na tak przygotowaną kolumnę wprowadzamy 1-1,5 mL mieszaniny barwników. Chromatografię prowadzimy dodając kolejno następujące eluenty: octan etylu, mieszanina etanolu i acetonu w stosunku 1:4. Rozdzielone barwniki zbieramy do osobnych kolbek.

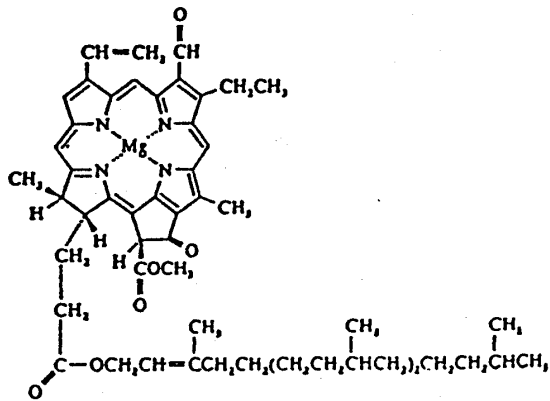
W opisie ćwiczenia podać barwę mieszaniny substancji, przebieg chromatografii oraz barwy substancji wchodzących w skład mieszaniny.



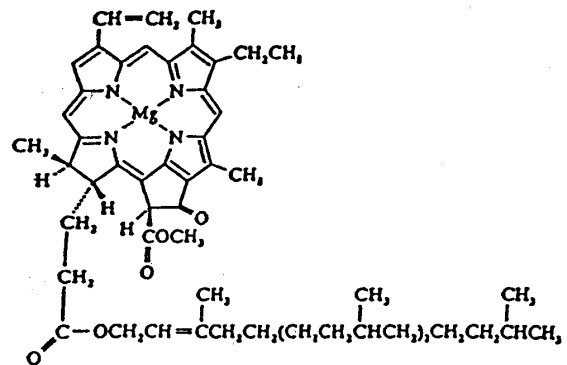
Rys. 2. Zestaw aparatury do chromatografii kolumnowej

BADANIE SKŁADU BARWNIKÓW ROŚLIN ZIELONYCH

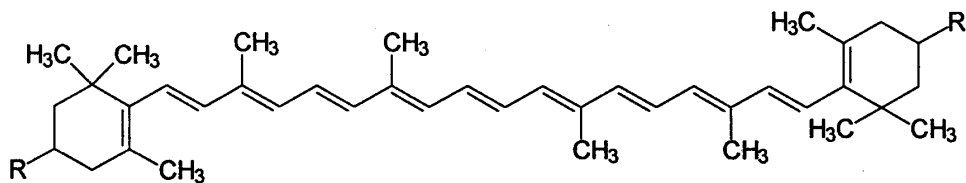
W skład barwnika roślin zielonych wchodzi chlorofil: a i b oraz karotenoidy: karoten i ksantofil.



chlorofil b



chlorofil a



R = H β -karoten
R = OH ksantofil

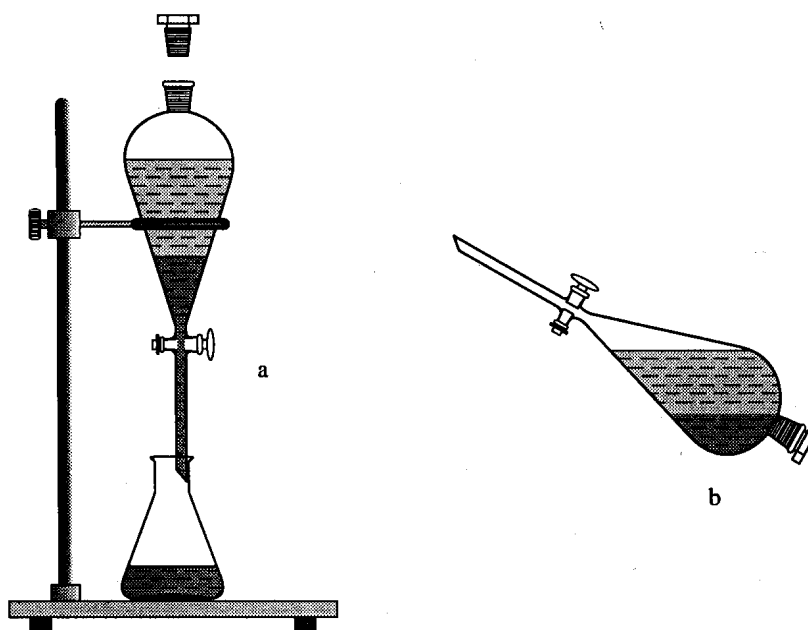
Wykonanie: Zielone liście uciera się w moździerzu z odrobiną piasku (w celu łatwiejszego zniszczenia tkanek komórkowych) i kilkoma kroplami acetonu, a następnie za pomocą kapilary nanosi się na płytkę i rozwija w układzie aceton:toluen (1:2). Próbkę należy nanosić kilkakrotnie w tym samym miejscu, zachowując jednocześnie małą średnicę plamki. Po rozwinięciu należy szybko analizować, gdyż barwniki łatwo blakną. Plamki obu chlorofili są blisko siebie, wyraźnie natomiast oddziela się od nich karoten i ksantofil.

Odczynniki wrażliwe na zanieczyszczenie powietrza w laboratorium: Produkty stanowiące bardzo dobre adsorbenty takie jak na przykład silikażel czy też płytki do chromatografii cienkowarstwowej (TLC) powinny być chronione przed atmosferą panującą w laboratorium. Tego typu materiały należy przechowywać w specjalnych pojemnikach, gdyż na przykład płytki do TLC znajdujące się w kontakcie z laboratoryjnym powietrzem stopniowo tracą aktywność, co oczywiście wpływa na ich zdolności separacyjne.

EKSTRAKCYJA JODU Z ROZTWORU JODKU POTASU CHLORKIEM METYLENU

Do rozdzielacza o pojemności 100 mL wlać 20 mL roztworu jodku w jodku potasu i ekstrahować 15 mL chlorku metylenu. Po dokładnym wytrząśnięciu pozostawić zawartość do rozdzielenia się warstw. Warstwę organiczną przenieść do erlenmajerki.

Ekstrakcję powtórzyć 3-krotnie, obserwując zachodzące zmiany. Porównaj, czy ekstrakcja 1-krotna (45 mL chlorku metylenu), czy 3-krotna tą samą ilością rozpuszczalnika (3 x 15 mL) jest bardziej wydajna.



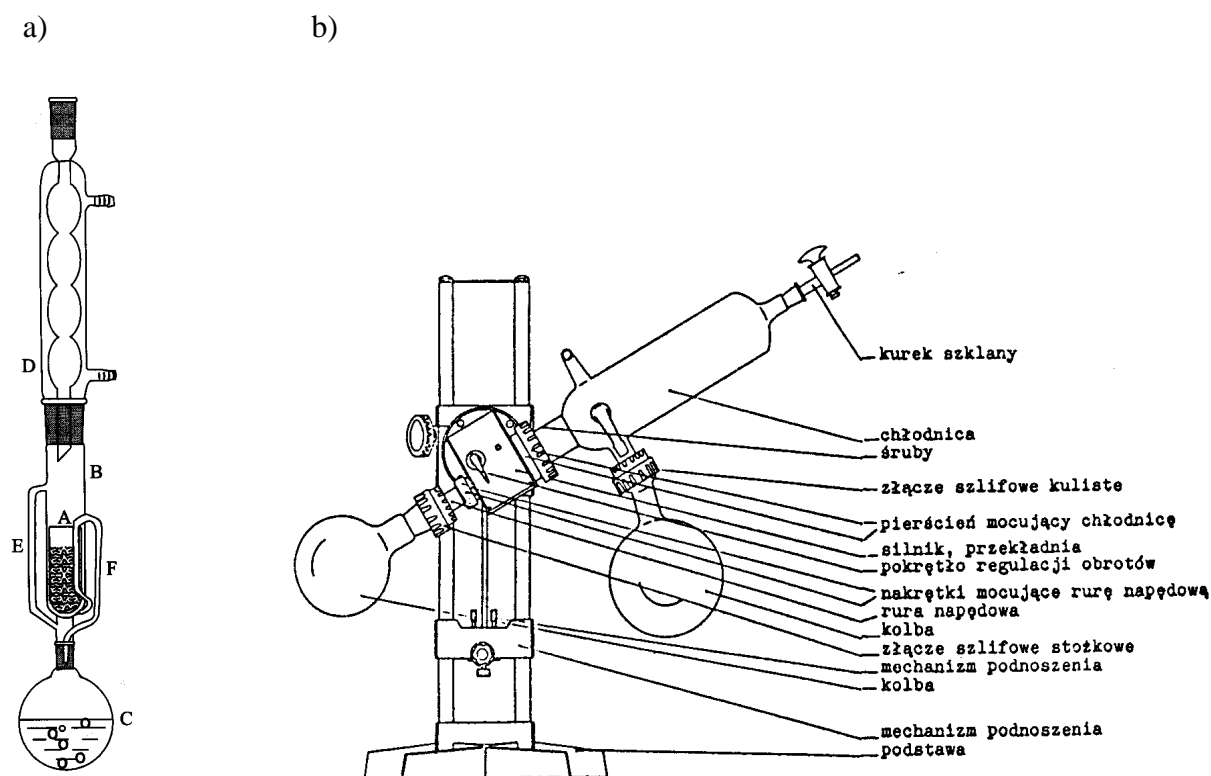
Rys. 3. Oddzielanie roztworów w rozdzielaczu: a – położenie rozdzielacza podczas oddzielania dolnej warstwy, b – położenie rozdzielacza podczas wyrównywania ciśnienia

Proces ekstrakcji stosowany jest do wydzielenia, np. z roztworu wodnego, substancji lepiej rozpuszczalnej się w cieczy, nie mieszającej się z wodą. Ekstrakcję prowadzi się najczęściej w rozdzielaczach. Podczas mieszania się dwóch ciekłych faz w rozdzielaczu bardzo często wytwarza się nadciśnienie, w związku z czym proces należy prowadzić nadzwyczaj ostrożnie, usuwając nadciśnienie z wnętrza naczynia. W tym celu wylot rozdzielacza należy skierować ku górze (rys. 3b), najlepiej pod wyciągiem, a następnie ostrożnie wyrównać ciśnienie, otwierając powoli kurek. Pod żadnym pozorem wylotu rozdzielacza nie można kierować w kierunku laboratorium lub ku sąsiadom. Szczególnie niebezpieczne są ekstrakcje fazy wodnej, zawierającej węglany, rozpuszczalnikami takimi jak np. chloroform, zawierającymi niewielkie ilości chlorowodoru. Tworzy się wówczas dwutlenek węgla, a powstałe nadciśnienie może wyrzucić zawartość naczynia na zewnątrz. Podczas ekstrakcji należy zakładać okulary i rękawice ochronne.

EKSTRAKCYJA SUBSTANCJI STAŁYCH W APARACIE SOXHLETA

Aparat Soxhleeta służący do ekstrakcji ciągłej substancji stałych gorącym rozpuszczalnikiem pokazano na rys. 4a. Substancję przeznaczoną do ekstrakcji umieszcza się w gilzie A wykonanej z twardej bibuły filtracyjnej. Gilzę wsuwa się do wewnętrznej rury aparatu B, pod którym montuje się kolbę C wypełnioną rozpuszczalnikiem do ekstrakcji. U góry aparatu montuje się chłodnicę zwrotną D. Kolbę z rozpuszczalnikiem ogrzewa się do osiągnięcia stanu łagodnego wrzenia zawartości. Pary rozpuszczalnika przepływają do chłodnicy, tam skraplają się i zostają zawrócone do gilzy. Po zebraniu takiej porcji rozpuszczalnika w gilzie, że jego górny poziom osiąga wysokość bocznej rurki F, ekstrakt zostaje przelany syfonem do kolby. Proces ten powtarza się automatycznie aż do zakończenia ekstrakcji.

Po zakończeniu ekstrakcji rozpuszczalnik należy odparować na wyparce próżniowej (rys. 4b) w całości. Wnioski z ćwiczeń umieścić w sprawozdaniu.

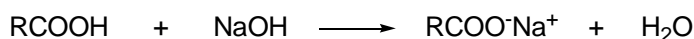


Rys. 4. a - aparat Soxhleeta; b – laboratoryjna wyparka obrotowa typu Unipan 350

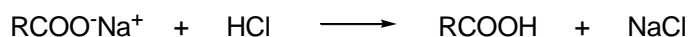
EKSTRAKCYJA Z WYKORZYSTANIEM Kwasowo-Zasadowych Właściwości Wyodrębnionego Związku

Często zdarza się, że w wyniku reakcji otrzymujemy mieszaninę, w której skład wchodzi związki o właściwościach, kwasowych, zasadowych i obojętnych (w różnych kombinacjach). Można je wówczas rozdzielić wykorzystując te właściwości, tzn. stosując do ekstrakcji wodne roztwory kwasów lub zasad.

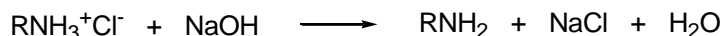
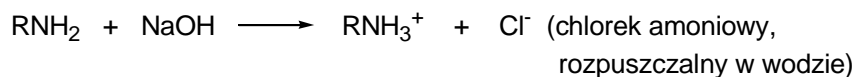
Związki o charakterze kwaśnym (fenole, kwasy karboksylowe) rozpuszczają się w wodnych roztworach zasad, tworząc sole, i w ten sposób można je oddzielić od związków obojętnych, które pozostają w fazie organicznej. Po rozdzieleniu faz kwasy możemy odzyskać (o ile nam na nich zależy) przez zakwaszenie roztworu wodnego, a następnie odsączenie (jeśli są to związki stałe) lub kolejną ekstrakcję, tym razem już rozpuszczalnikiem organicznym.



↓
rozpuszczalne w wodzie

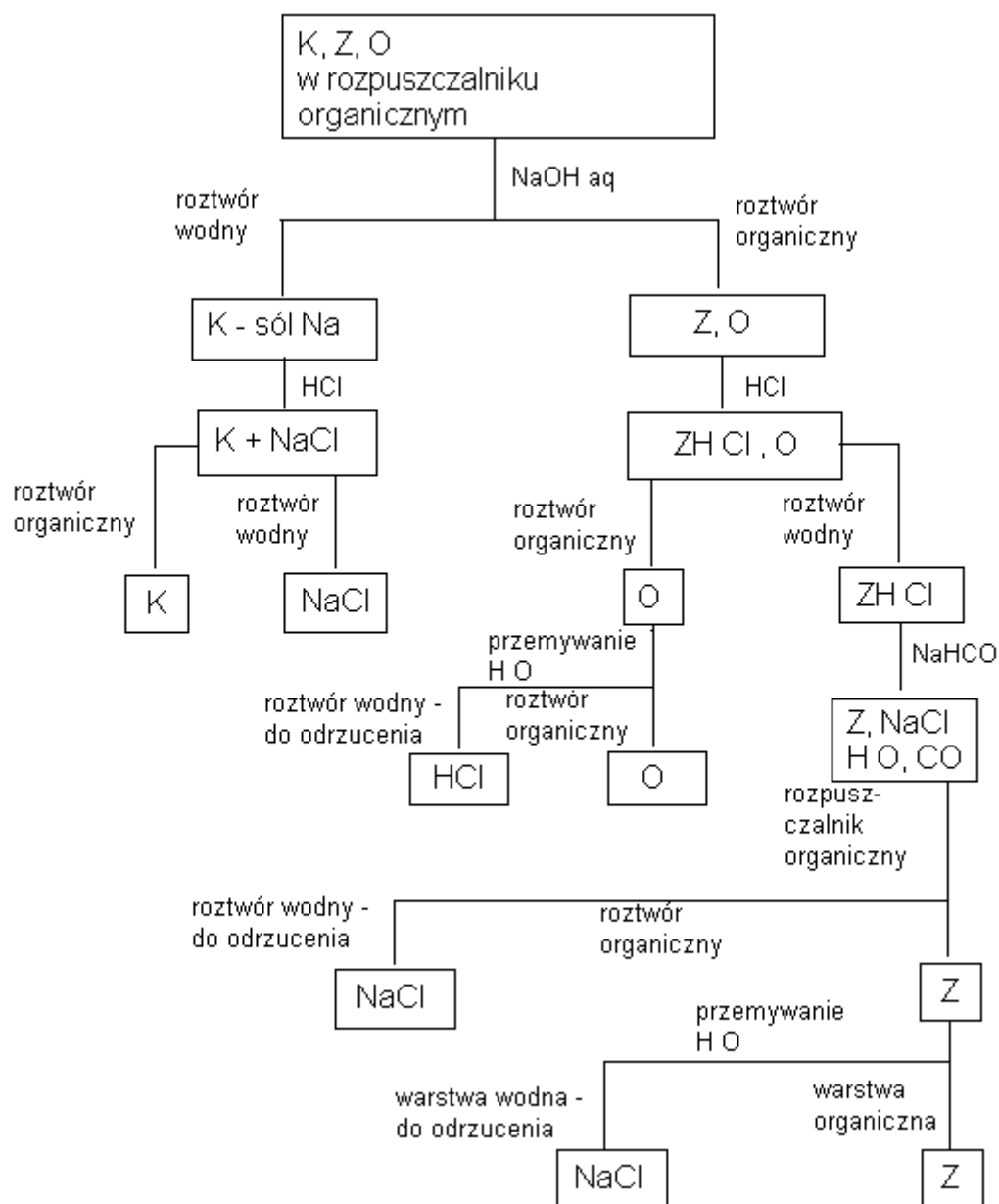


Związki o właściwościach zasadowych (aminy) rozpuszczają się w wodnych roztworach kwasów i analogicznie można je oddzielić od związków obojętnych przez ekstrakcję rozcieńczonym kwasem (związki obojętne pozostaną w fazie organicznej). Po rozdzieleniu faz wolne aminy odzyskuje się przez potraktowanie roztworu ich soli zasadą (np. NaOH), a następnie ekstrakcję rozpuszczalnikiem organicznym lub przez sączenie, w zależności od właściwości fizycznych aminy.



Jeżeli obecne w ekstrahowanej mieszaninie związki kwaśne lub zasadowe stanowią jedynie zanieczyszczenie i nie są dla nas interesujące, to ich wodne ekstrakty odrzuca się bez dalszego ich wyodrębniania. Mówimy wtedy, że kwas czy aminę odmywa się, np. wodnym roztworem NaHCO_3 (czy HCl).

Schemat stopniowego rozdzielania mieszaniny trzech związków O, Z i K o właściwościach odpowiedni: obojętnych (O), zasadowych (Z) i kwaśnych (K) pomiędzy fazą wodną i organiczną (np. chloroform) przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5. Schemat rozdzielania mieszaniny związków o właściwościach kwasowych (K), zasadowych (Z) i obojętnych (O)

DESTYLACJA PROSTA

Do kolby okrągłodennej o pojemności 250 mL wlać 130 mL mieszaniny i zmontować zestaw do destylacji prostej. Po wrzuceniu kamyczków wrzennych kolbę ogrzewać i zbierać destylat z szybkością 2-3 kropeł na sekundę do cylindra miarowego.

Zanotować początkową temperaturę oraz temperatury po odebraniu każdych 5 mL destylatu.

W opisie ćwiczenia umieścić tabelę z odczytami temperatury oraz wykres zależności temperatury od objętości destylatu. Porównać wyniki dla destylacji prostej i frakcyjnej.

Mieszaniny do destylacji:

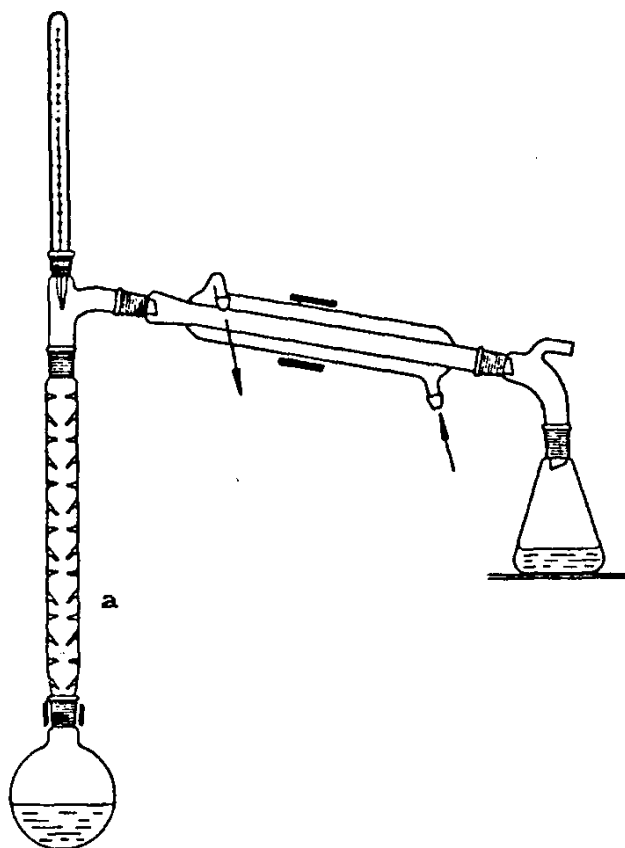
- 1) octan etylu (77°C)
dioksan (102°C)
- 2) chlorek metylenu (40°C)
octan etylu (77°C)
- 3) aceton (56°C)
toluen (111°C)
- 4) etanol (78°C)
chlorek metylenu (40°C)
- 5) heksan (69°C)
dioksan (102°C)
- 6) aceton (56°C)
woda
- 7) metanol
woda

Podczas destylacji cieczy może nastąpić jej przegrzanie, tzn. ogrzanie powyżej temperatury wrzenia. Wówczas, w wyniku wibracji lub obniżenia ciśnienia, zaczyna się spontaniczne wrzenie, zwane potocznie „rzucaniem”. Dlatego też, podczas destylacji cieczy należy intensywnie mieszać, np. mieszadłem magnetycznym, bądź też dodać „kamyczki wrzenne”, np. wyprażony kaolin. Kaolin należy dodawać do zimnej jeszcze cieczy/ Po jednorazowym użyciu „kamyczek wrzenny” traci swoje właściwości.

DESTYLACJA FRAKCYJNA

Do kolby okrągłodennej o pojemności 250 mL wlać około 130 mL mieszaniny i zmontować zestaw do destylacji frakcyjnej. Po wrzuceniu kamyczków wrzennych kolbę ogrzewać i zbierać destylat do cylindra miarowego. Zanotować początkową temperaturę oraz temperaturę po zebraniu każdego 5 mL destylatu.

W opisie ćwiczenia umieścić tabelkę z odczytami temperatury oraz wykres zależności temperatury od objętości destylatu (zaznaczyć przedgon, frakcje główne, frakcje pośrednie, pogon oraz temperatury wrzenia składników mieszaniny).

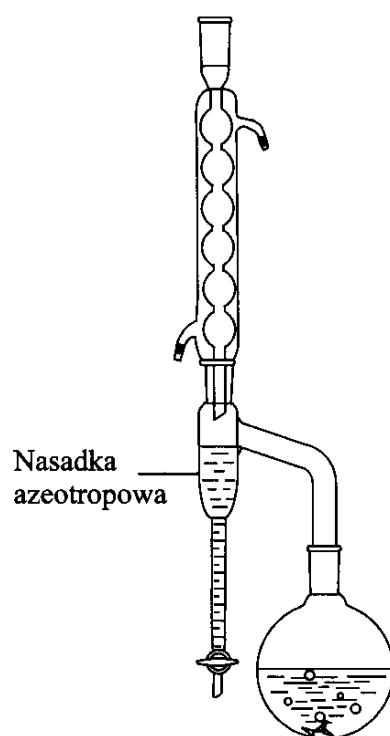


Rys. 6. Zestaw do destylacji frakcyjnej; a – kolumna typu Vigreux

DESTYLACJA AZEOTROPOWA

Do kolby o pojemności 250 mL zaopatrzoną w nasadkę azeotropową i chłodnicę wlać mieszaninę rozpuszczalników: toluen, woda, etanol (1:1:1). Wrzucić kamyki wrzenne i prowadzić destylację.

Obserwować zbierające się warstwy w nasadce azeotropowej.

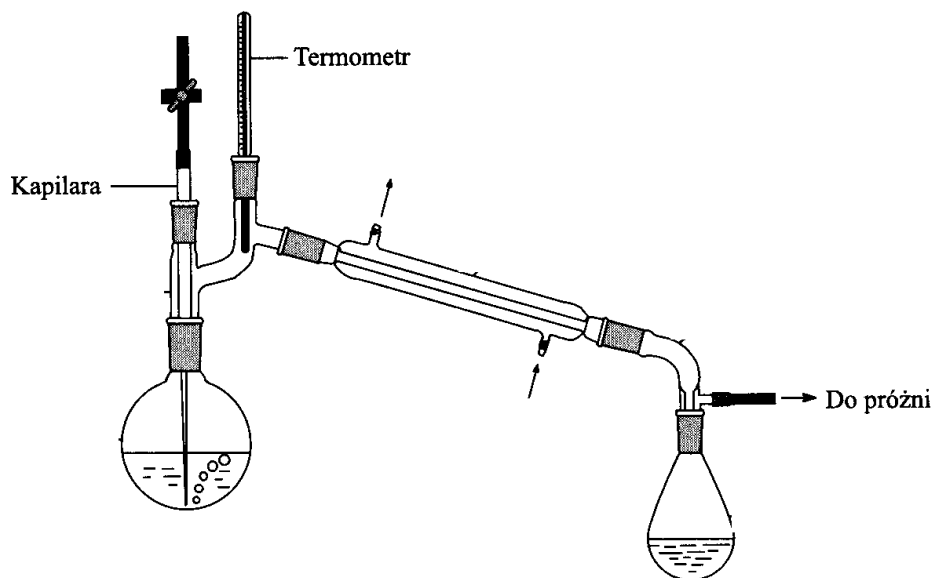


Rys. 7. Zestaw do destylacji z nasadką azeotropową.

DESTYLACJA PRÓŻNIOWA

Do kolby destylacyjnej o pojemności 100 mL wlać 50 mL DMF. Przeprowadzić destylację próżniową zbierając poszczególne frakcje: przedgon, frakcja główna, pogon.

Zanotować temperaturę wrzenia i porównać z literaturową pod normalnym ciśnieniem.

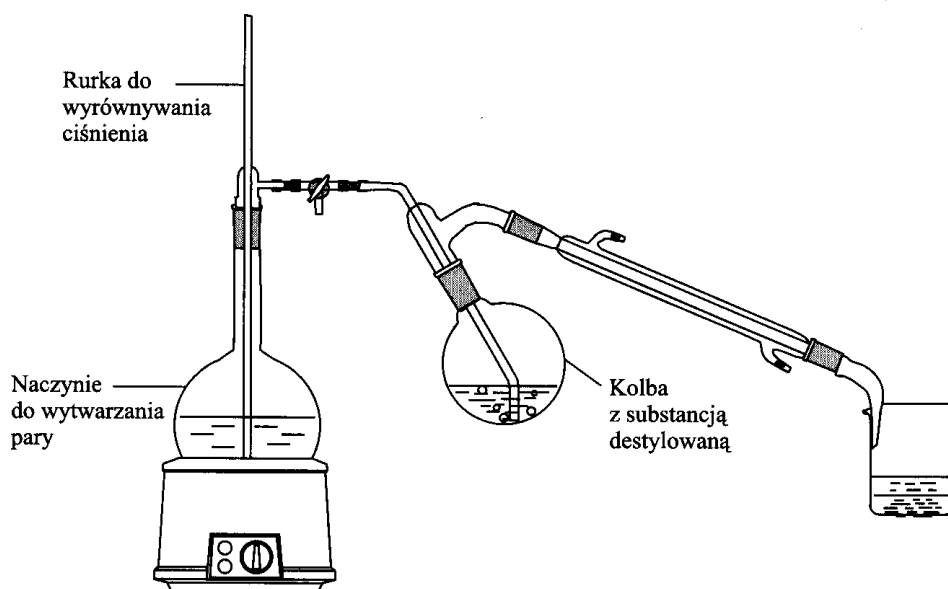


Rys. 8. Zestaw do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem

Praca pod zmniejszonym ciśnieniem („pod próżnią”). Zmniejszone ciśnienie używane jest podczas takich operacji jak: destylacja, sączenie, sublimacja, liofilizacja i suszenie w eksykatorach próżniowych lub suszarkach próżniowych. Wszelkie prace pod zmniejszonym ciśnieniem należy prowadzić pod wyciągiem lub za specjalnym ekranem, zabezpieczającym przed odłamkami szkła w przypadku implozji. Podczas prowadzenia prac pod zmniejszonym ciśnieniem należy bezwzględnie nosić okulary ochronne. Ze względu na niebezpieczeństwo implozji do wszelkich prac prowadzonych: „pod próżnią” nie można używać naczyń z płaskim dnem, takich jak np. kolby stożkowe. Wyjątek stanowią – specjalnie wykonane z grubego szkła – kolby ssawkowe – stosowane do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem. Większe aparaty lub eksykatory próżniowe bywają pokryte warstwą przezroczystego tworzywa, które w przypadku awarii, podobnie jak w szybach samochodowych, zabezpiecza przed powstaniem ostrych odłamków szkła.

DESTYLACJA Z PARĄ WODNĄ

W kolbie okrągłodennej umieścić mieszaninę: 2 g o-nitrofenolu i 2 g p-nitrofenolu, rozpuszczoną w 30 mL wody. Dodać kamyki wrzenne i zmontować zestaw do destylacji z parą wodną. Wytworzyć parę wodną w kociołku napełnionym do 2/3 objętości. W celu niedopuszczenia do kondensowania się zbyt ilości pary wodnej w kolbie, powoli ogrzewamy jej zawartość. Gdy woda w kociołku zacznie wrzeć, obserwować wydzielanie się pęcherzyków pary wodnej w kolbie i destylowanie cieczy. Destylację prowadzić do momentu, gdy wpływający do odbieralnika destylat jest klarowny.

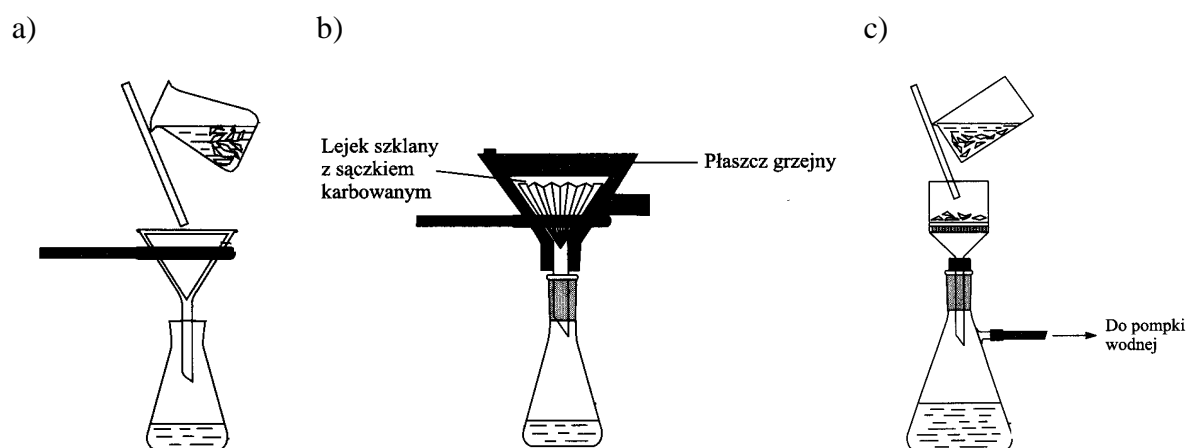


Rys. 9. Zestaw do destylacji z parą wodną

KRYSTALIZACJA ACETANILIDU Z WODY

Odważyć 2 g acetanilidu i umieścić w zlewce o pojemności 250 mL, dodać 60 mL wody i ogrzewać do wrzenia. Acetanilid staje się ciekły i tworzy olej w wodzie. Następnie dolać porcjami gorącą wodę stale mieszając i ogrzać roztwór do łagodnego wrzenia, aż acetanilid rozpuści się. Jeżeli roztwór nie jest bezbarwny, to należy nieznacznie go ochłodzić, dodać węgla aktywnego i ogrzewać do wrzenia przez kilka minut, aby usunąć barwne zanieczyszczenia. Prawie gorący roztwór przesączyć przez karbowany sączonek, umieszczony na lejku na płaszczu grzejnym. Przesącz zebrać do zlewki, nakryć szkiełkiem zegarkowym i szybko schłodzić, energicznie mieszając. Następnie odstawić roztwór na 30 min, aby całkowicie wydzielił się osad. Kryształy odsączyć na lejku Büchnera, przemyć dwukrotnie 5 mL wody (aby usunąć przylegający do kryształów macierzysty ług) i wycisnąć na lejku za pomocą dużego korka szklanego. Lejek przewrócić na bibułę filtracyjną o podwójnej grubości lub szkiełko zegarkowe i pozostawić kryształy do wysuszenia na powietrzu do następnych zajęć. Przy suszeniu kryształów na powietrzu wskazane jest przykrycie związku krążkiem z bibuły, podziurkowanej tak, aby umożliwić ulatnianie rozpuszczalnika.

Wysuszoną substancję należy zważyć, obliczyć wydajność krystalizacji i oznaczyć temperaturę topnienia.



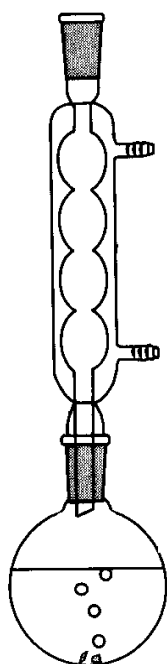
Rys. 10. Zestaw do sączenia: a – osadu; b – na gorąco; c - pod zmniejszonym ciśnieniem

KRYSTALIZACJA Z ROZPUSZCZALNIKA PALNEGO

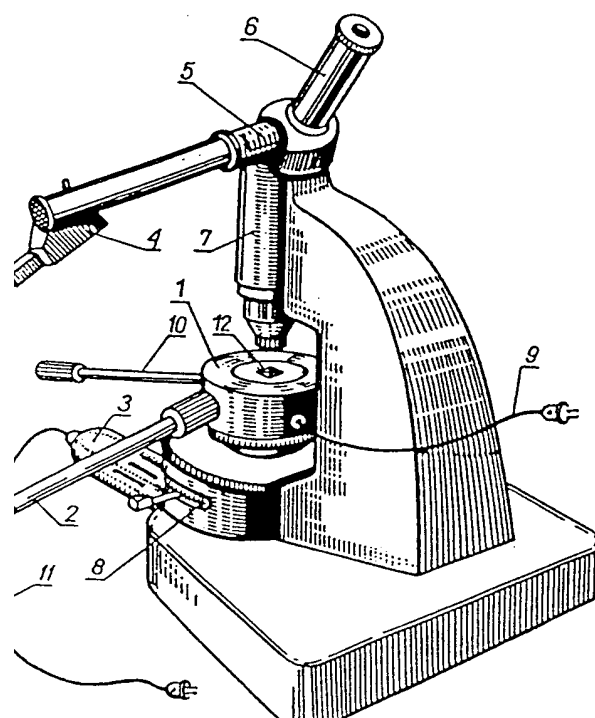
Odważyć 2,5 g p-acetanilidu (lub innego związku zgodnie z zaleceniem prowadzącego ćwiczenia) i umieścić w kolbie okrągłodennej o pojemności 100 mL pod chłodnicą zwrotną (rys.11a), dodać niewielką ilość rozpuszczalnika (etanolu lub innego w zależności od krystalizowanej substancji) i ogrzewać do wrzenia. W przypadku gdyby substancja nie uległa rozpuszczeniu, dodać następną porcję rozpuszczalnika, aż do momentu całkowitego rozpuszczenia. Gorący roztwór przesączyć przez karbowany sączek. Przesącz ochłodzić, wytrącony osad przesączyć na lejku Büchnera, a uzyskany produkt pozostawić do wysuszenia na powietrzu do następnych zajęć.

Wysuszoną substancję należy zważyć, obliczyć wydajność krystalizacji i oznaczyć temperaturę topnienia.

a)



b)



Rys. 11. a - Zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną; b – Aparat do mierzenia temperatury topnienia typu Boetius: 1 - blok grzewczy, 2 - termometr w osłonie, 3 - lampa oświetlająca próbkę od dołu, 4 - lampa oświetlająca termometr i układ optyczny, 5 - regulacja ostrości, 6,7 - układ optyczny, 8 - regulacja jasności, 9 - przewód opornicy regulujący ogrzewanie bloku, 10 - szklane pokrywy bloku i próbki, 11 - transformator oświetlenia, 12 - próbka

STRĄCANIE ROZPUSZCZALNIKIEM

1. Odważyć w małej zlewce 0,5 g glicyny. Następnie rozpuścić w niewielkiej ilości wody. Wkraplać ostrożnie etanol aż do całkowitego wytrącenia osadu. Powstały osad odsączyć na lejku Büchnera, wysuszyć i zważyć. Obliczyć wydajność strąconej glicyny.

Podobnie postępować z:

1. kwas benzoesowy rozpuścić w acetonie – strącić wodą
2. kwas salicylowy rozpuścić w etanolu – strącić wodą
3. naftalen rozpuścić w acetonie – strącić wodą

KRYSTALIZACJA

Krystalizacja z H₂O (na gorąco) – próbka 1-2 g

1. acetanilid
2. fenyloseryna

Krystalizacja z rozpuszczalników lotnych (na gorąco) – próbka 2 g

1. p-bromonitrobenzen z etanolu
2. benzanilid z etanolu
3. dicykloheksylidenoglukofuranoza z eteru naftowego
4. pentaacetylo-β-D-glukoza z metanolu
5. p-nitroacetanilid z etanolu

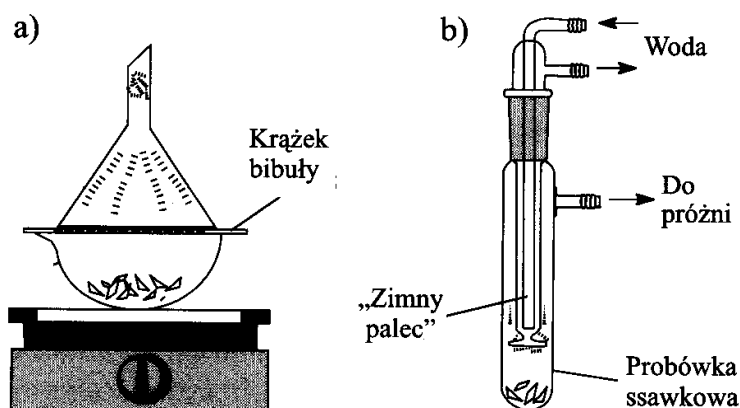
Strącanie z mieszaniny rozpuszczalnikiem

4. glicyna w wodzie – strącanie etanolem
5. kwas benzoesowy w acetonie – strącanie wodą
6. kwas salicylowy w etanolu – strącanie wodą
7. naftalen w acetonie – strącanie wodą

SUBLIMACJA

Parownicę porcelanową zawierającą 2,5 g naftalenu przykryć krążkiem bibuły z małymi otworami i odwróconym lejkiem szklanym. Nóżkę lejka zatkać korkiem z waty. Parownicę postawić w płaszczu grzejnym (rys. 12a). Po łagodnym ogrzaniu parownicy pary czystej substancji przechodzą przez otwory w bibule i kondensują na wewnętrznych ściankach lejka. Zebrać i zważyć sublimat.

Obliczyć wydajność sublimacji.



Rys. 12. Zestaw do sublimacji: a – pod normalnym ciśnieniem; b – pod zmniejszonym ciśnieniem

Podczas sublimacji należy unikać przegrzania, ponieważ powoduje to stopienie związku, czasami także jego rozkład, a tym samym straty. Do zbierania przesublimowanej substancji można przystąpić dopiero po ochłodzeniu aparatury.

CHROMATOLOGRAFIA – wymagania

1. Chromatografia cienkowarstwowa (TLC)

- a) absorbenty stosowane w chromatografii cienkowarstwowej
- b) wykonanie chromatogramu:
 - wybór rozpuszczalnika do rozwijania próbek (szereg eluotropowy rozpuszczalników)
 - rozwijanie i wywołanie
 - wartość R_f
- c) zastosowanie chromatografii cienkowarstwowej

2. Chromatografia bibułowa i jej zastosowanie

3. Chromatografia kolumnowa

- a) absorbenty stosowane w chromatografii kolumnowej
- b) rodzaje kolumn chromatograficznych
- c) wybór rozpuszczalnika do chromatografii absorbcyjnej
- d) wypełnienie i nanoszenie substancji na kolumnę
- e) rozwijanie chromatogramu
- f) zastosowanie chromatografii kolumnowej

4. Chromatografia gazowa

5. BHP (praca z toksycznymi substancjami organicznymi)

EKSTRAKCJA – wymagania

1. Teoria ekstrakcji

- a) prawo podziału Nernsta
- b) efekt wysolenia

2. Rodzaje ekstrakcji

- a) zwykła jednokrotna
- b) zwykła wielokrotna

3. Ekstrakcja cieczy

- a) prosta
- b) ciągła
- c) rozpuszczalnikami optycznie czynnymi

4. Ekstrakcja osadów

- a) prosta
- b) ciągła ciał stałych

5. Czynności i technika ekstrakcji

- a) wybór rozpuszczalnika
- b) stosowane środki suszące
- c) metody zatężania

6. BHP (sposoby postępowania ze związkami palnymi i trującymi)

DESTYLACJA – wymagania

- 1. Destylacja frakcyjna**
- 2. Destylacja próżniowa**
- 3. Destylacja azeotropowa**
- 4. Destylacja z parą wodną**

I. Wymagania teoretyczne

1. Krzywa zależności temperatury od ilości destylatu w zależności od składu mieszaniny
2. Zasada działania kolumny rektyfikacyjnej
3. Zasada i zalety destylacji frakcyjnej, pod zmniejszonym ciśnieniem, azeotropowej, z parą wodną
4. Wpływ ciśnienia na temperaturę wrzenia
5. Substancje rozdzielane przez frakcyjną, próżniową, azeotropową, z parą wodną
6. Rodzaje destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem

II. Aparatura

1. Zestawy do destylacji
2. Rodzaje chłodnic, kolumn, pomp próżniowych i ich zastosowanie

III. Pomiar temperatury wrzenia

IV. BHP

1. Zapobieganie przegrzewaniu się cieczy
2. Zasady postępowania z palnymi rozpuszczalnikami
3. Praca z aparaturą pod zmniejszonym ciśnieniem

KRYSTALIZACJA I SUBLIMACJA – wymagania

1. Teoria i metody wykonywania krystalizacji i sublimacji

- a) krystalizacja ze stopu
- b) substancje organiczne i nieorganiczne ulegające sublimacji

2. Technika wykonywania krystalizacji

- a) dobór rozpuszczalnika
- b) mieszaniny chłodzące
- c) sposoby przyspieszania krystalizacji
- d) metody sączenia
- e) pomiar temperatury topnienia
- f) wpływ temperatury i czasu na przebieg krystalizacji

3. Aparatura

- a) krystalizacja z rozpuszczalnika palnego
- b) sublimacja pod normalnym i zmniejszonym ciśnieniem

4. BHP (sposoby postępowania z palnymi toksycznymi rozpuszczalnikami)