

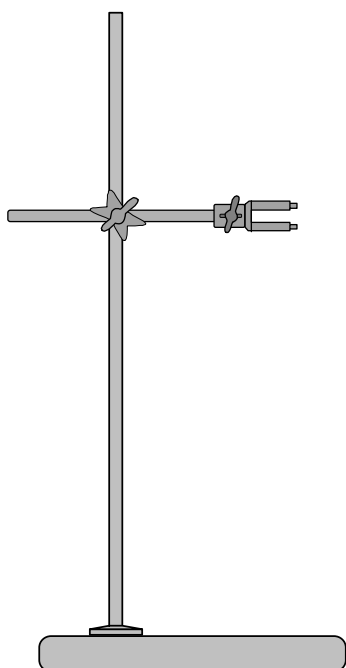
## Zalecenia odnośnie użytkowania sprzętu i zestawów laboratoryjnych oraz przeprowadzania oczyszczania na pracowni chemii organicznej.

Ogólne zasady bezpieczeństwa, które obowiązują ZAWSZE, nie będą tu omawiane szczegółowo – przypominamy tylko, że należy pracować w fartuchu laboratoryjnym oraz okularach/goglach ochronnych a używanie CAŁYCH rękawic jest ogólnie zalecane (a wymagane w przypadku pracy z substancjami żrącymi oraz toksycznymi).

Szczegóły i podstawy teoretyczne dotyczące konkretnych czynności laboratoryjnych można znaleźć w kursowych podręcznikach preparatyki organicznej (w szczególności: A. I. Vogel i in. *Preparatyka organiczna*, WNT 2006 lub wcześniejsze wydania).

### Dla studentów I semestru.

#### Części metalowe:



Statywy, łapy i mufy muszą być sprawne! Rozumiemy to przede wszystkim stabilność i pewność zamocowania.

Łapy i mufy muszą mieć śruby w stanie umożliwiającym ich dokręcanie.

Statyw musi mieć pręt pewnie przymocowany do podstawy, która powinna mieć wielkość/ciężar dopasowany do planowanych prac – gdy prowadzona jest synteza z dużą ilością rozpuszczalnika lub destylacja z parą wodną (wytwornica pary jest dość ciężka po napełnieniu wodą) wielkość podstawy statywu musi być większa.

**Sprzęt musi być montowany nad podstawą statywu.**

Rys. 1. Statyw z łapą przymocowaną za pomocą mufy.

Mufy powinny być montowane w taki sposób aby drugi element, prostopadły do pręta statywu, był „wkładany od góry” w mufę.

Zamontowanie w odwrotny sposób („wkładany od dołu”) może spowodować (przy niedoskonałości mufy lub przy rozkręcaniu aparatury) że łapa w niekontrolowany sposób wysunie się i spadnie (wraz z aparaturą jaką utrzymuje).

#### Szkło laboratoryjne:

Używane elementy szklane muszą być nieuszkodzone, czyste i w większości przypadków suche!

Pęknięte ściany lub szlify naczyń dyskwalifikują je jako sprawne, ale można je w miarę możliwości naprawić (szklarz w warsztacie szklarskim, nie samodzielnie!). Nie wolno używać uszkodzonych elementów szklanych, posiadających ostre krawędzie (np. utłuczone cylindry).

Naczyn, w których znajdowały się tylko czyste lotne rozpuszczalniki (np. eter, dichlorometan, alkohol), nie należy myć – wystarczy je wysuszyć strumieniem azotu. W przypadku, gdy naczynie zawierało mniej lotne substancje organiczne (np. benzaldehyd, anilinę, etc.), należy spróbować umyć je niewielką ilością acetonu i nie używać wody,

Naczynia reakcyjne (kolby, czasem zlewki), należy najpierw umyć acetonem, próbując usunąć organiczne zanieczyszczenia. W przypadku opornych osadów, należy użyć wody i proszku oraz szczotki. Nie myjemy naczyń gorącą wodą, ponieważ ciepło zwiększa intensywność parowania pozostałości związków organicznych, a inhalowanie się nimi jest niebezpieczne. W przypadku Dalszych trudności należy poprosić o pomoc prowadzącego.

Szkło po umyciu wodą z kranu należy przemyć wodą demineralizowaną a następnie wysuszyć (chyba, że będzie użyte do pracy z roztworem wodnym). Jeśli szkło nie będzie używane bezpośrednio po umyciu, należy je po prostu pozostawić w szafce do następnych zajęć. W przeciwnym razie należy je przemyć dwa-trzy razy możliwie małymi porcjami acetonu, tak by za każdym razem opłukać całą powierzchnię ścianek. Po przemyciu szkło można suszyć:

- strumieniem azotu lub sprężonego powietrza (pod wyciągiem, w miarę możliwości technicznych) – jest to najszybszy i bardzo skuteczny sposób, pod warunkiem, że naczynie zostało dobrze przemyte acetonem
- suszarką ręczną – należy suszyć naczynie od dna w kierunku wylotu, nie na odwrót
- w suszarce laboratoryjnej – naczynie powinno zawierać jedynie śladowe ilości acetonu na ściankach.

Po umyciu oraz po wysuszeniu, szkło należy obejrzeć pod światło, by sprawdzić efektywność wykonanych czynności. Jeśli krople wody są dalej obecne, suszenie należy powtórzyć.

Uwagi:

- otwarte naczynia (zlewki, krystalnice) można najszybciej osuszyć papierowym ręcznikiem, jeśli jest dostępny
- W przypadku chłodnic krople wody znajdujące się w płaszczu chłodzącym utrudniają obserwację wnętrza chłodnicy.

#### **Sposoby zapobiegania zapiekaniu/zablokowaniu się szlifów oraz ich otwieranie:**

Aby zapobiegać zapiekaniu/zablokowaniu się złączy szlifowych należy przede wszystkim łączyć elementy, które są czyste i suche! Nie należy łączyć powierzchni szlifów, jeśli zostały zabrudzone reagentami (zarówno stałymi jak i ciekłymi). Zaleca się używanie lejków szklanych do nalewania cieczy, a dla ciał stałych zwiniętego papieru (tutki).

**Jeżeli szlifu nie da się rozłączyć przy użyciu niewielkiej siły, należy poprosić o pomoc prowadzącego lub laboranta. Nie należy eksperymentować na własną rękę.**

Należy unikać długotrwałego przechowywania połączonych szlifów, jeśli nie są nasmarowane. Kolby ze szlifowanymi korkami, krany rozdzielaczy, etc. należy zabezpieczać przez włożenie paska papieru pomiędzy szlifowane powierzchnie.

## **Bibuła filtracyjna i sączi.**

Bibuła filtracyjna oraz sączi, które mają zostać użyte powinny być czyste i suche!

**Na bibule filtracyjnej oraz sączkach NIE wolno ważyć reagentów lub używać ich do wycierania stołów laboratoryjnych. Bibuła i sączi NIE służą także do sporządzania notatek.**

Jeżeli już konieczne jest umieszczenie podpisu/opisu (np. krążek używany przy chromatografii) to po bibule i sączkach można pisać TYLKO grafitowym ołówkiem (najlepiej miękkim i pozbawionym barwników). Pozostałe środki piśmiennicze mogą spowodować zanieczyszczenia substancji umieszczonej na sączku.

Na sączkach wykonywane są też ćwiczenia z chromatografii bibułowej (zalecenia zostanie dodane w osobnym podrozdziale).

## **Sączenie i przemywanie osadów - ogólnie.**

Wielkość lejka powinna być podyktowana: ilością osadu, gdy osad jest pożądanym produktem (a roztwór zawiera zanieczyszczenia); ilością cieczy, gdy to roztwór zawiera produkt (a osadem jest np. środek suszący).

Sączi papierowe stosowane są do oddzielenia cieczy od osadu. Jeżeli osad jest drobnokrystaliczny stosuje się kilka warstw sączków, ale może to bardzo spowolnić proces filtracji. **Podwójne sączi stosuje się także przy filtracji z roztworów wodnych, które efektywnie zmiękcza papier, co może spowodować jego rozerwanie.**

**Sączi (zwykle) NIE mogą wystawać poza obręb lejka! Po umieszczeniu ich w lejku powinno pozostać nieosłonięte więcej niż 10mm górnej krawędzi lejka.**

Zastosowanie określonej techniki sączenia powinny być podyktowane następującymi czynnikami:

Jeżeli zależy nam na:

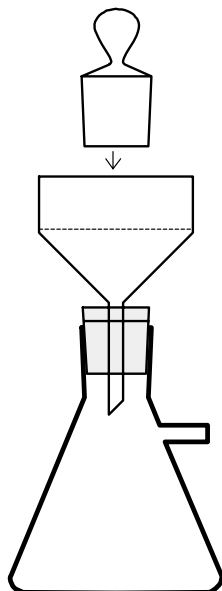
- A) Roztworze: wtedy gdy chcemy go uzyskać szybko i całkowicie oddzielić go od osadu stosujemy sączi karbowane. **Jeżeli filtrowanie ma odbywać się na gorąco, to używa się płaszcz wypełniony wodą o temperaturze nie wyższej niż temperatura wrzenia używanego rozpuszczalnika (wiec dla wody powinna być ona gorąca, ale dla metanolu co najwyżej ciepła). Nóżka lejka musi wystawać z drugiej strony płaszczu. Jeśli do podgrzania wody w płaszczu użyto palnika, należy go zgasić przed rozpoczęciem sączenia.** Dla większości rozpuszczalników organicznych często wystarczy gorąca woda z kranu lub czajnika.
- B) Osadzie: wtedy stosuje się sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem (lub na sączku zwykłym – patrz poniżej w jakim przypadku). **Osad należy dodatkowo przemyć, aby pozbyć się pozostałości roztworu macierzystego lub innych zanieczyszczeń.**

Ilości osadu powinna determinować kolejny wybór:

- a) **Bardzo mało osadu, np. pochodna krystaliczna: sączeć zwykły niewielkich rozmiarów; przemywanie osadu za pomocą rozpuszczalnika podawanego z pipetki (raczej się go nie odciska od roztworu macierzystego, bo jest go zbyt mało by mógł on zatrzymać go wiele).**
- b) Średnia i duża ilość osadu: stosuje się lejki Büchnera (z sączkiem) lub Schotta (ze spiekem szklanym), W miarę możliwości, powinny być one tak dobrane aby całość osadu zajmowała około połowy objętości lejka – pozwala to na dodawanie kolejnych porcji zawiesiny, którą chcemy odfiltrować, a także na skuteczne przemycie osadu. Dla osadów drobnokrystalicznych (które utrudniają filtrację) zaleca się

stosowanie lejków o większej powierzchni podstawy (większa powierzchnia sączenia przekłada się na większe tempo filtracji).

### Sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem.



Sączenie osadu pod zmniejszonym ciśnieniem na lejku Büchnera z sączkiem jest zazwyczaj bardzo skuteczne, pod warunkiem użycia sprawnej pompki próżniowej. Średnica sączka powinna być dopasowana do wielkości lejka: sączek powinien dochodzić do krawędzi dna lejka, ale krawędzie nie powinny się zaginać. Przed rozpoczęciem sączenia należy zwilżyć sączek roztworem macierzystym, tak by dobrze przywarł do dna lejka.

Rys. 2. Schemat zestawu do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem. Wskazano jaka mniej więcej powinna być wielkość korka stosowanego do odciskania osadu.

Sposób przeprowadzenia sączenia:

1. Zestawienie zestawu do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem o wielkości i typie lejka dopasowanym do ilości osadu oraz składu mieszaniny. **Kolba ssawkowa/filtracyjna powinna być czysta i sucha** oraz stabilnie przymocowana do statywu za pomocą łapy. Źródłem próżni najczęściej jest pompka wodna, rzadziej pompka membranowa. Należy także upewnić się, czy pompka wodna działa prawidłowo (zatkanie palcem węża przed podłączeniem go do kolby ssawkowej) i czy gumowy pierścień uszczelniający spełnia swoją rolę (a jego wielkość musi być taka, aby nie został on wciągnięty do kolby ssawkowej!). Wielkość odbieralnika (grubościennej kolby ssawkowej/filtracyjnej) może być mniejsza od ilości filtrowanej cieczy - wtedy należy po napełnieniu naczynia odłączyć próżnię, zdjęć lejek i zlać zawartość do osobnego naczynia.
2. **Do przenoszenia osadu w miarę możliwości wykorzystuje się roztwór macierzysty, a nie czysty rozpuszczalnik. Jeżeli osadu jest bardzo dużo, a cieczy mało, można go przenieść na sączek za pomocą łyżki lub dodać zimnego rozpuszczalnika aż do zawieszenia w nim osadu.** Przeniesienie całości osadu (zawieszonego w roztworze macierzystym, zawracanego w razie konieczności z kolby ssawkowej) do lejka oraz odsączenie roztworu macierzystego za pomocą próżni.
3. **Odcisnięcie delikatnie płaskim korkiem osadu (nadal pod próżnią) tak aby osad był równomiernie rozłożony na dnie lejka i nie występowały szczeliny w osadzie, a następnie coraz mocniej odciska się osad by był możliwie wolny od roztworu macierzystego – jeżeli osad mocno przykleja się do korka należy za pomocą pipetki z roztworem macierzystym splukać korek i odciskać osad ponownie, ale stosując już mniejszą siłę nacisku.**

4. **Odlączyć wąż gumowy od kolbki ssawkowej – to jest jedyny prawidłowy sposób odlączenia próżni, gdyż jeżeli zostanie zakręconą woda w pompce to podciśnienie zassie resztki wody do kolbki ssawkowej.**
5. **PRZEMYWANIE:** *Nalanie na osad czystego rozpuszczalnika lub roztworu, którym ma zostać on przemyty, w ilości takiej aby cały osad został w nim zawieszony (starać się unikać nadmiaru!), następnie ostrożnie (by nie przerwać bibuły) zamieszanie osadu za pomocą szpatułki i ewentualne roztarcie grudek (o ścianki lejka, nie o dno!) i dopiero teraz ponownie podłącza się próżnie, podłączając wąż prowadzący do pompki próżniowej.*
6. **Powtórzenie operacji z punktów 3, 4 i 5 wymaganą ilość razy z użyciem właściwych roztworów/roztworów rozpuszczalników.** Najczęściej wystarcza 2-3 krotne przemycie osadu by usunąć większość zanieczyszczeń.
7. W przesączu mogą pojawić się kryształy: przez pory sączka dostał się do niego osad z lejka lub zaczęły się wytrącać kolejne porcje produktu (zwłaszcza gdy sączymy lotny rozpuszczalnik – wtedy pod wpływem podciśnienia następuje jego odparowywanie co dodatkowo schładza roztwór). Należy je odfiltrować, co jest wskazane, by podnieść wydajność sączenia. O ile osad nie ma barwy i budowy zbliżonej do tego, który właśnie się odfiltrowało, zaleca się jego odsączenie i przemywanie w oddzielnym lejku. Dopiero po upewnieniu się, że jest to ta sama substancja (np. przez pomiar temperatury topnienia) można osady połączyć.

**Bibuła filtracyjna może także posłużyć do wchłonięcia nadmiaru rozpuszczalników/wody zawartych w osadzie, co pozwala przyspieszyć suszenie.** W tym celu osad umieszcza się na bibule, składa się ją kilkukrotnie, umieszcza na czystym stole i mocno odciska płaską powierzchnią dłoni. W razie konieczności osad przenosi się na nowy kawałek bibuły i powtarza operację. Wstępnie wysuszony osad pozostawiamy do ostatecznego wysuszenia na powietrzu..

Tak uzyskany podsuszony osad (który nie jest całkowicie suchy) możemy użyć np. do oszacowania temperatury topnienia pochodnej krystalicznej – pomiar ten może być tylko przybliżony i należy go powtórzyć, gdy osad wyschnie całkowicie, ale pozwala on stwierdzić czy zaszła reakcja.

#### **Sączenie przez sączek karbowany.**

Zastosowanie sączka karbowanego ma na celu możliwie szybką filtrację roztworu/roztworu rozpuszczalnika od osadu, który nie stanowi produktu syntezy (np. od stałego środka suszącego).

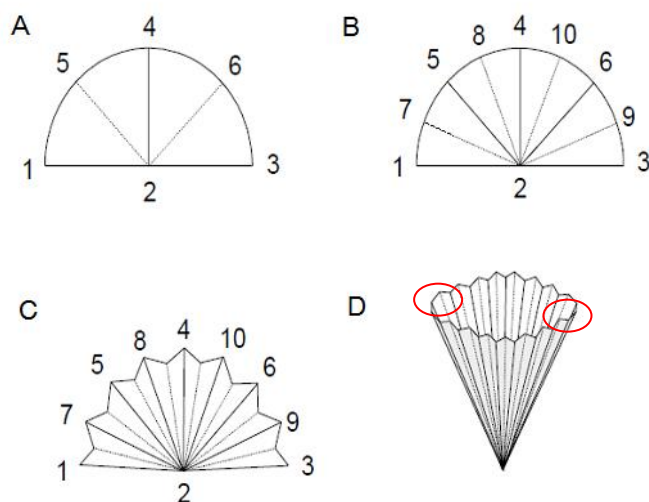
Sączek taki ma dużą powierzchnię filtrowania (tylko niewielki fragment ma styczność z lejkiem) i jest na tyle sztywny, że możliwe jest przemycie na nim osadu. W przeciwieństwie do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, nie zaleca się mechanicznego rozdrabniania osadu. Powinno się delikatnie wzburzyć osad strumieniem rozpuszczalnika z pipetki pasteurowskiej (lub tryskawki).

Należy także spłukać bibułę sączka przed podaniem z pipetki/tryskawki czystego rozpuszczalnika na górną krawędź sączka, ALE należy uważać, by nie zmywać zresublimowanej pary wodnej (lodu), która kondensuje na górnej krawędzi sączka – należy więc zmywać powierzchnię sączka od razu po przefiltrowaniu roztworu.

**Należy jednak uważać aby strumień sączonego roztworu kierowany był do środka sączka (najlepiej po skośnie ustawionej bagietce ustawionej) a nie pomiędzy lejek i sączek.**

Sposób składania sączka karbowanego przedstawiono poniżej (Rys. 3.). Prawidłowo złożony sączek powinien

samodzielnie utrzymywać kształt zbliżony do stożka. Zaleca się nie zaciskać mocno papieru przy każdym zgięciu i starać się zaginać „niedokładnie” na środku sączka – zginany papier traci na spójności, co może doprowadzić do jego pęknięcia podczas filtracji (zwłaszcza wodnych roztworów).



Rys. 3. Składanie sączka karbowanego – opis z tekście.

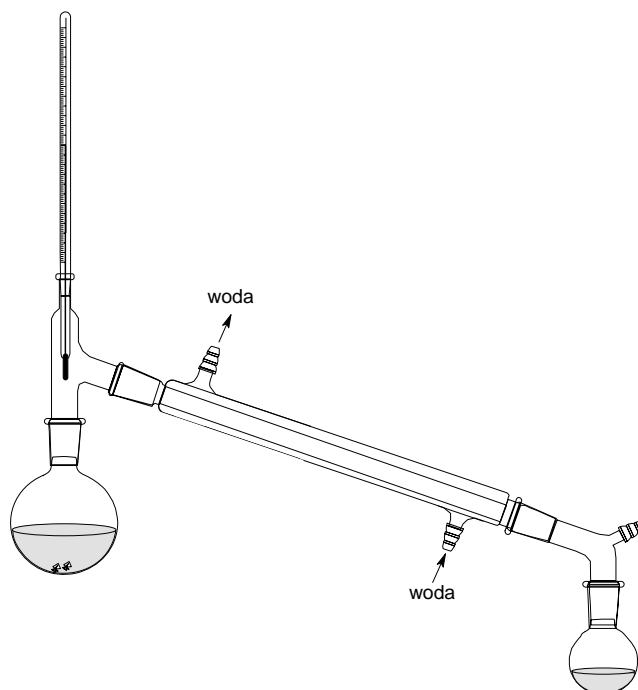
Opis składania sączka:

1. Krążek sączka składa się na pół uzyskując półkole a następnie (bez rozkładania) na ćwiartkę (dwa zgięcia).
2. Następnie RAZ otwiera się złożony sączek. Dwie ćwiartki składają się ku sobie, a kierunek zgięcia staje się WYRÓŻNIONYM.
3. Każdą z ćwiartek składa się raz w WYRÓŻNIONYM kierunku – po rozłożeniu uzyskuje się obraz taki jak na części **A**, a gdy poszczególne „ściany” są ustawione pod kątem 90° uzyskuje się prawie stożek o podstawie kwadratu.
4. Każdą ze „ścian” składa się raz w WYRÓŻNIONYM kierunku, uzyskując po rozłożeniu obraz jak na części **B** (mamy teraz osiem „ścianek”).
5. Każdą ze „ścianek” składa się raz PRZECIWNIE DO WYRÓŻNIONEGO kierunku, generując harmonijkę, a po rozłożeniu „wachlarz” jak na części **C**.
6. Po otwarciu „wachlarza” zyskujemy sączek karbowany (taki jak na części **D**), ale nie ma on maksymalnie rozwiniętej powierzchni sączenia. Proszę zwrócić na zaznaczone czerwonym owalem „równoległe ścianki” – będą one ściśle przylegać do ścianki lejka (więc filtracja przez nie nie będzie efektywna). Aby zmaksymalizować powierzchnię należy: a) wywinąć sączek na lewą stronę; b) „równoległe ścianki” złączyć ze sobą i przytrzymać kciukiem i palcem wskazującym; c) z pozostałych części delikatnie zagniatąjąc po zgięciach układających się w naturalny sposób uformować „podwójne harmonijki”; d) puścić „równoległe ścianki” – sączek karbowany powinien spontanicznie uformować stożek o podstawie gwiazdy (choć czasem trzeba mu w tym delikatnie pomóc).

Gdy sączony ma być roztwór wodny lub organiczny (w przypadku rozpuszczalników o wyższej temperaturze wrzenia) sączek powinien wystawać poza krawędź lejka – pozwala to uniknąć problemu z nalaniem roztworu pomiędzy ścianką lejka a sączek.

Natomiast gdy sączone ma być roztwór w lotnym rozpuszczalniku (np. eter dietylowy, heksan, chlorek metylenu) zalecane jest schowanie sączka w lejku (tak by około 10mm widocznej górnej krawędzi lejka; takie przymierzenie i przycięcie najlepiej jest to zrobić gdy sączek jest w postaci „podwójnej harmonijki”). Następnie po nalaniu porcji rozpuszczalnika (oczywiście DO ŚRODKA sączka) można przykryć sączek szkiełkiem zegarkowym lub szalką Petriego - ogranicza to parowanie rozpuszczalnika i zmniejsza ilość kondensującej pary wodnej na bibule – może być to wskazane gdy.

#### Destylacja prosta:



Rys.4. Schemat aparatury (tylko części szklane) do destylacji prostej (pokazano także sposób w jaki ma przepływać przez chłodnice woda oraz kamyczki wrzenne).

Należy dobrać kolbkę destylacyjną do ilości cieczy, tak aby kolbka była napełniona w przedziale 30-70% nominalnej objętości.

Aparatura MUSI mieć kontakt z atmosferą – czyli możliwe musi być wyrównanie ciśnienia wewnątrz jej z otoczeniem. Gdyby ogrzewana była ciecz w zamkniętej aparaturze, to wzrost ciśnienia spowodować może jej rozerwanie!

Gdy chcemy zabezpieczyć zawartość aparatury przed dostępem wilgoci stosuje się nasadki z bezwodnym chlorkiem wapnia (montowane za pomocą węża gumowego z króćcem przy odbieralniku).

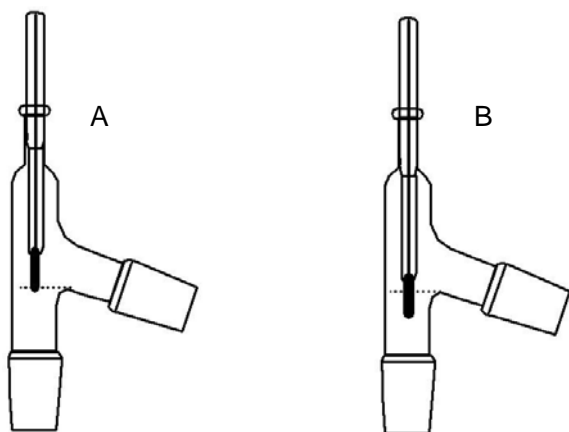
W kolbce należy umieścić kamyczki wrzenne (w odpowiedniej do skali destylacji ilości: dla małej wystarczy jeden drobny; dla dużej trzeba użyć kilku) lub rdzeń magnetyczny (używany wraz mieszadłem magnetycznym oraz koszem grzejnym w niemetalowej obudowie) – zapobiegają one przegrzewaniu się cieczy i gwałtownemu wyrzuceniu zawartości kolby. Kolbę należy ogrzewać równomiernie – najlepiej przez zastosowanie tzw. poduszki powietrznej: centralnie umieszczony kosz grzejny jest odsunięty od kolby na odległość około 5-15 mm. NIE

wolno pozwolić aby kosz przysunął się/dotknął ścianki kolby – te miejsce będzie znacznie intensywniej ogrzewane, co może spowodować rozkład zawartości kolby (mogą się pojawić lotne pozostałości, które zanieczyszczą destylat lub pozostać w kolbie, z której planujemy uzyskać nietlotny produkt).

Destylacje kończy się gdy kamyczki wrzenne lub rdzeń magnetyczny wynurzą się z cieczy (ok. 5 mm słupa cieczy) – odddestylowanie „do sucha” może się skończyć wybuchem pozostałości (etery), przypaleniem pozostałości lub pęknięciem kolby (a także dodatkowo pożarem).

Gdy destylowane są ciecze o wysokiej temperaturze wrzenia, należy zaizolować za pomocą folii aluminiowej zarówno kolbkę jak i nasadkę destylacyjną – najlepszym rozwiązaniem jest „namiot”, który będąc dodatkowo ogrzewany gorącym powietrzem z płaszcza grzejnego ociepli z zewnątrz aparaturę (ale należy pozostawić z przodu szczelinę, tak aby przez nią widzieć jaki poziom cieczy pozostał na dnie).

Ustawienie termometru w nasadce destylacyjnej powinno być właściwe. Gdy ilość par cieczy jest duża, termometr umieszczamy dokładnie na wysokości bocznego ujścia nasadki (do chłodnicy) – pary i tak ogrzeją termometr do właściwej temperatury. Ale gdy ilość par jest mała (tak się dzieje gdy ilość związku jest niewielka lub ma on



wysoką temperaturę wrzenia) to termometr umieszcza się odrobinę niżej – gdyby umieścić go wyżej pary „prześlizgną” się pod nim do ujścia ku chłodnicy a wskazana temperatura będzie zaniżona (w ekstremalnych sytuacjach nadal będzie w okolicy temperatury pokojowej!). Rysunek obok (Rys. 5) ilustruje sposoby umieszczenia termometru.

Rys. 5. Umieszczenie termometru w nasadce destylacyjnej:  
A – gdy ilość par cieczy jest duża – większość przypadków,  
B – gdy ilość par cieczy jest mała – wyjątkowe sytuacje.

Stosowanie chłodnicy z przepływem wody (chłodnica wodna) zalecane jest dla cieczy wrzących poniżej 150 °C (temperatura umowna – zależy od jakości szkła). Powyżej tej temperatury stosuje się chłodnice powietrzną – wypełnioną powietrzem! – więc należy zdjąć wąż doprowadzający wodę z kranu i opróżnić chłodnicę z wody. Powód takiego postępowania wynika z tego, że duża różnica temperatur pomiędzy parami cieczy, a płynącą wodą (wynosi ona około 20 °C, a zimie jeszcze mniej) powoduje nierównomierne naprężenie w szkłe co może spowodować jego pęknięcie. **Dla cieczy o temperaturze wrzenia około 150 °C zaleca się stosowanie chłodnicy wypełnionej wodą, ale bez przepływu.**

Jako odbieralnik należy stosować naczynie umieszczone zaraz pod rurką będącą przedłużeniem chłodnicy – gdy jest to możliwe łączy się go szlifem – ale sposób umieszczenia odbieralnika powinien umożliwiać łatwą jego zmianę. Gdy jako odbieralnik stosuje się cylinder miarowy (zalecane gdy chcemy oznaczyć ilość otrzymanego produktu) to należy go umieścić w zlewce (tak, aby przy przypadkowym przewróceniu ciecz się nie wylała) i całość ustawić na podnośniku.

## Krystalizacja.

Przy krystalizacji należy dobrać stosowaną technikę do ilości oczyszczanego związku. Warto wcześniej



przygotować poszczególne elementy zestawu do krystalizacji ale także do sączenia (zwłaszcza na gorąco – rozgrzanie płaszcza trochę trwa).

Jeżeli ilość osady wynosi powyżej 1g należy stosować „techniki standardowe”, kolejno:

a) Rozpuścić w minimalnej ilości wrzącego rozpuszczalnika związek – osiąga się to dodając stopniowo rozpuszczalnika do delikatnie ogrzewanej kolby/zlewki/probówki (dobór szkła zależy zarówno od toksyczności stosowanego rozpuszczalnika jak i ilości związku) ze związkiem i za każdym razem doprowadzić mieszaninę do delikatnego wrzenia i odczekać kilka minut (niektóre związki rozpuszczają się bardzo wolno). Naczynie w którym prowadzi się krystalizację należy umieścić w łapie (a w przypadku zlewki trzymać przez izolację, np. szmatę) w sposób gwarantujący manipulowanie gorącym roztworem na następnych etapach oczyszczania.

**W przypadku niewodnych roztworów zawsze stosuje się kolbę podłączoną do chłodnicy i to przez nią wlewa się kolejne porcje rozpuszczalnika.**

Gdy cały osad się rozpuścił, lub po dodaniu kolejnej porcji rozpuszczalnika nie obserwuje się dalszego zmniejszenia się ilości widocznego osadu, należy przejść do następnych czynności.

b) Gdy jest to konieczne (zabarwienie roztworu) lub wymagane w przepisie syntezy dodaje się węgla aktywnego: w tym celu należy lekko schłodzić roztwór (dla wody do około 70 °C) i dodać niewielką ilość węgla aktywnego po czym ponownie zagotować (bardzo krótko!) i niezwłocznie przystąpić do następnej czynności.

c) Gorący roztwór przesączyć przez lejek karbowany umieszczony w lejku, który znajduje się w płaszczu z wodą o temperaturze odpowiedniej dla używanego rozpuszczalnika (nie wyższe niż jego temperatura wrzenia). Roztwór należy wylewać po skośnie ustawionej bagietce trzymając w drugiej ręce łapę umocowaną do kolby z gorącym roztworem – należy przechylać (nie przekręcać!) łapę tak, aby wylewać roztwór po stronie szlif, który nie ma bezpośredniego kontaktu z łapą.


Wysoka temperatura może spowodować znaczne odparowanie roztworu i wytrącenie się krystalizowanego związku na sączku (roztwór powinien być nasycony) co może spowodować utrudnienia/spowolnienie filtracji. Jeżeli filtracja będzie na tyle powolna, że przed nalaniem kolejnej porcji roztworu schłodzi się on, należy go ponownie **ogrzać**. W tym celu zaleca się ustawienie płaszcza grzejnego (z temperaturą wyregulowaną tak jak podczas pierwotnego ogrzewania) pod tym samym wyciągiem i umieszczenie w nim na kolby z przesączanym roztworem do ogrzania, ale nie do wrzenia!, lub zmontować ponownie zestaw do ogrzewania z chłodnicą zwrotną (po oczyszczeniu szlifów).

d) Po przeniesieniu całości roztworu zaleca się ogrzanie, w tym samym naczyniu w którym prowadzona była krystalizacja (bez chłodnicy), niewielkiej ilości stosowanego rozpuszczalnika i splukanie nim zarówno ścianek naczynia (gdzie mógł pozostać osad) a następnie sączka (gdzie na pewno pozostał jakiś osad). Pozwala to odzyskać jeszcze część krystalizowanego związku. Takie przemywanie powinno się odbyć co najmniej dwukrotnie.

e) Z przesączu, znajdującego się w odbieralniku, po ochłodzeniu (czasem w lodówce w zamkniętym naczyniu, a czasem dopiero po ochłodzeniu i pocieraniu szklaną bagietką ścianek naczynia) wytrącić powinien się osad, który należy przesączyć i przemyć zgodnie procedurą opisaną kilka stron wcześniej.

## **Chromatografia.**

**Typowymi błędami popełnianymi przez studentów jest używanie mokrego szkła (zwłaszcza zlewek wykorzystywanych jako komory chromatograficzne) oraz pisanie po bibule lub płytkach chromatograficznych materiałami piśmienniczymi innymi niż ołówki.**

Do zaznaczenia na bibule lub płytce miejsc naniesienia substancji należy używać tylko miękkiego ołówka i stosować minimalną siłę nacisku. Aby mieć pewność, że nie niszczymy z nadto powierzchni na której naniesione mają zostać plamki zaleca się obrysowanie tego miejsca nawiasami i staranie się wprowadzić minimalnej wielkości plamkę pomiędzy nie. Powinno to wyglądać mniej więcej tak:  (szarym kolorem zaznaczono ślad ołówka, czarną kropką naniesiony roztwór).

**Kolejnym błędem jest niewłaściwe dobranie wielkości naczynia (zlewki) do wielkości pytki. Powoduje to często że płytka umieszczona jest albo zbyt płasko (za duża zlewka: nałożone plamki mogą się wtedy rozmyć) albo zwilżona bibuła, włożona do zlewki w celu zapewnienia równomiernego nasycenia parami rozpuszczalnika, dotyka krawędzi płytki (co skutkuje „skręcaniem” chromatogramu w jedną stronę).**

**Przy chromatografii bibulowej istotne jest: by centralny krążek był dość mały (2 cm średnicy), włożona centralnie watka (knot) był skrócony do właściwej długości i obcięty niemal do zera po drugiej stronie bibuły; szalki Petriego dopasowane (aby zapobiec niekontrolowanemu zsunięciu się wilgotnej bibuły do roztworu eluentu).**

Chromatografia ma być metoda powtarzalną, więc poszczególne plamki należy nanosić w taki sam sposób. Zalecane jest używanie kapilar, które mają być napełnione minimalną ilością cieczy – stosowane roztwory mają takie stężenia, które pozwalają wykryć substancję nawet z bardzo małych ilości roztworu!