



# 实验室常用有风险试剂的操作与注意事项

汇报人: 马梓涵

2023. 9. 22

---



## 实验室惰性气体密封的试剂、溶剂的取用

通常实验室中的无水溶剂、反应性较强的试剂(丁基锂、氢化铝锂、格式试剂)均储存在惰性气体保护的瓶中，使用时和使用结束后需注意以下事项：

- 取用时使用氮气气球保持气压。气球的针头尽量不要使用过粗的针头，否则可能导致胶封气密性损坏；
- 取用后务必将有针口的封口处用封口膜折叠软化后封口。保存于冰箱中的试剂最好在盖子盖上后使用封口膜封住瓶盖接缝。
- 使用较危险试剂时应当由多于一人在场避免出现意外。



# 正丁基锂

正丁基锂主要用作有机强碱和锂化试剂，室温下为无色或微黄色透明稳定液体，易燃。



危险性:

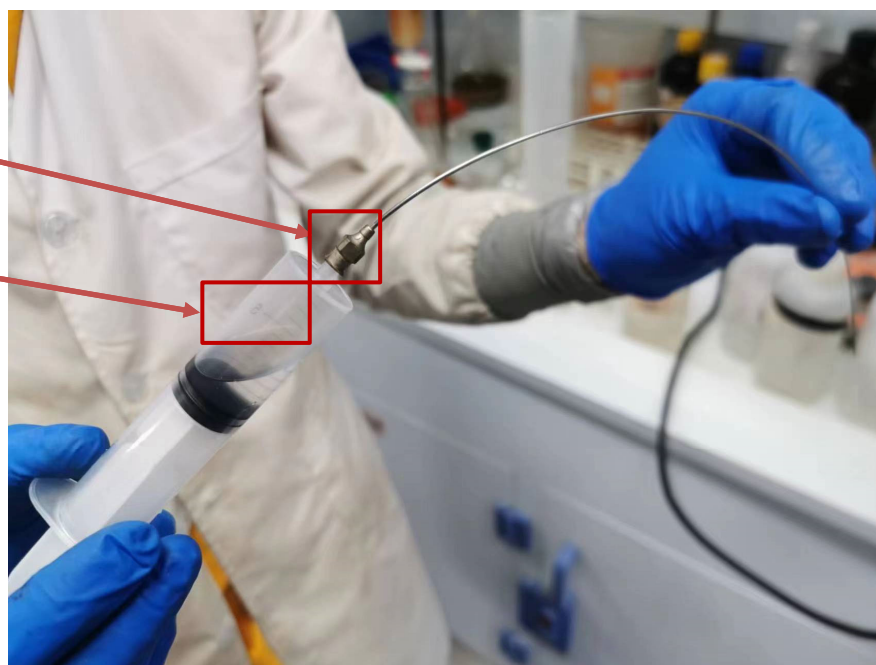
- 1) 丁基锂遇空气极易自燃，应避免量取时泼洒到外部；
- 2) 丁基锂参与反应时反应剧烈，放大量热，容易导致反应剧烈；
- 3) 针头取用时容易堵塞金属制针头

## 正丁基锂使用时需要注意：

- 正丁基锂应保存于冰箱中，使用前应确定其为黄色澄清液体，如有白色沉淀则可能试剂已坏；
- 取用正丁基锂时应当使用长针头并以下图所示抽取，抽取所需的量后先将针头提离页面，再抽取一段惰性气体，避免针头中的丁基锂于空气中的水等反应堵塞针管。抽取完后以图中的姿势加入反应瓶中；
- 使用这种方法抽取时可能出现底部试剂瓶太轻，无法将针头拔出的情况，建议提前将试剂瓶固定；
- 使用正丁基锂时需以液氮将反应液冷却至约  $-78^{\circ}\text{C}$ ，由于湿气一般反应瓶外壁会结霜导致无法看清反应液，因此加入时需格外小心滴加速率，必要时可使用恒压滴液漏斗；

小心接口崩开，用封口膜缠紧

抽取一段氮气隔绝液体和空气





## 正丁基锂使用后的处理：

- 针头使用后及时处理：用大量水流冲洗淬灭，不然可能导致长针头报废；
- 反应结束后使用水或饱和氯化铵溶液淬灭。如果反应转化率较低，怀疑有较多的丁基锂试剂剩余，则需要在低温条件下淬灭；
- 注：格式试剂的使用操作基本与正丁基锂相同



## 氢化铝锂

氢化铝锂是常用的还原试剂，易燃，反应时容易放出大量气体。

- 氢化铝锂反应时容易放出大量气体，因此使用氢化铝锂溶液时必须使用长针头弯曲后缓慢滴加，避免体系中压力骤增时将更多氢化铝锂溶液进入体系，导致剧烈反应；
- 氢化铝锂固体使用后如有固体剩余，应当使用 THF 等溶剂溶解后冷浴下缓慢加水淬灭。

### 反应的后处理

氢化铝锂参与的反应直接用水萃取后可能生成大量细颗粒状氢氧化铝粉末，处理时容易吸附大量产物导致产率降低，以下是可参考的处理方法：

- 产物为中性或酸性物质时加水淬灭后，用稀盐酸调pH小于3，用溶剂萃取；
- 产物为碱性物质，低温搅拌下滴加和LAH等体积量的水，然后滴加等体积的15%NaOH。一般情况下，反应体系将成为砂状固体，较好过滤。
- 产物为一二级胺，并且需要进一步上Boc保护基。可以用水淬灭反应后，加入大量的水稀释，然后滴加 Boc<sub>2</sub>O 溶液，反应结束后萃取。



## 具有强腐蚀性、毒性的试剂举例

### $\text{SOCl}_2$

- 有强烈塑胶臭味，在空气中容易分解成臭味有毒的气体，操作时应该注意通风橱通风并拉下橱窗
- 氯化亚砷对反应瓶上的橡胶塞有强烈的腐蚀作用，使用时和使用后需小心尽量不要将其滴到橡胶塞上，对被腐蚀的部分小心漏气
- 使用氯化亚砷的反应结束后如需旋干请使用水泵旋干。

### $\text{PCl}_5$

- 固体粉末，在潮湿空气中易分解，生成 HCl 气体；
  - 称取五氯化磷时有严重的刺激性气味，尽量在通风橱中操作。称量纸会快速被酸性气体软化导致难以将五氯化磷从称量纸上转移到瓶中，称取时间尽量短。
  - 五氯化磷参与的反应结束后旋干时也应使用水泵旋干
-



Thanks for your attention!