



丁基鋰的取用

张利利

2021年9月16日

➤ 分类及作用

丁基锂，分子式： C_4H_9Li ，分子量：64.06 g/mol。常配成正己烷、环己烷或正戊烷溶液，为淡黄色溶液。储存温度：2-8 °C。



正丁基锂



仲丁基锂



叔丁基锂

作用：强碱、锂化试剂、卤-锂交换试剂和环化试剂等。

➤ 危险性

丁基锂化学反应活性很高，与空气接触会**着火**。与水、酸类、卤素类、醇类和胺类接触均会发生剧烈反应。



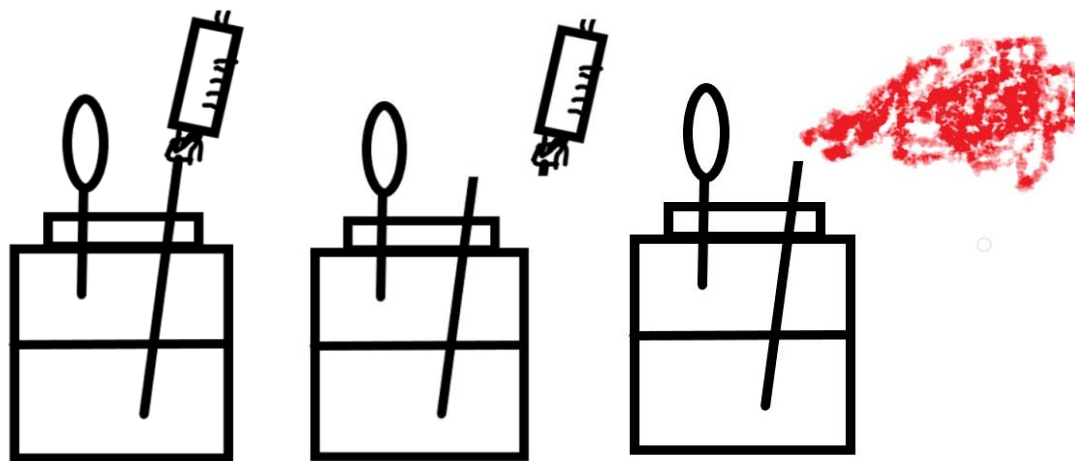
➤ 正丁基锂和仲丁基锂的取用-----长针头

- 用之前，将反应液温度降到-78 °C，所有取用设备保证干燥；
- 将丁基锂的瓶子固定在铁架台上，扎氮气气球待用；
- 注射器插入反应瓶吸入氮气，拔出排空，如此重复三次；
- 针头插入丁基锂液面，吸取一定量的溶液。拔出时针头向下，注射器向上，保证针头和注射器上部充满氮气。平移至反应瓶口扎进去，缓慢滴加；
- 滴加完毕，取出针头迅速插入事先准备好的小瓶THF里，推拉注射器清洗针管，再用水洗。



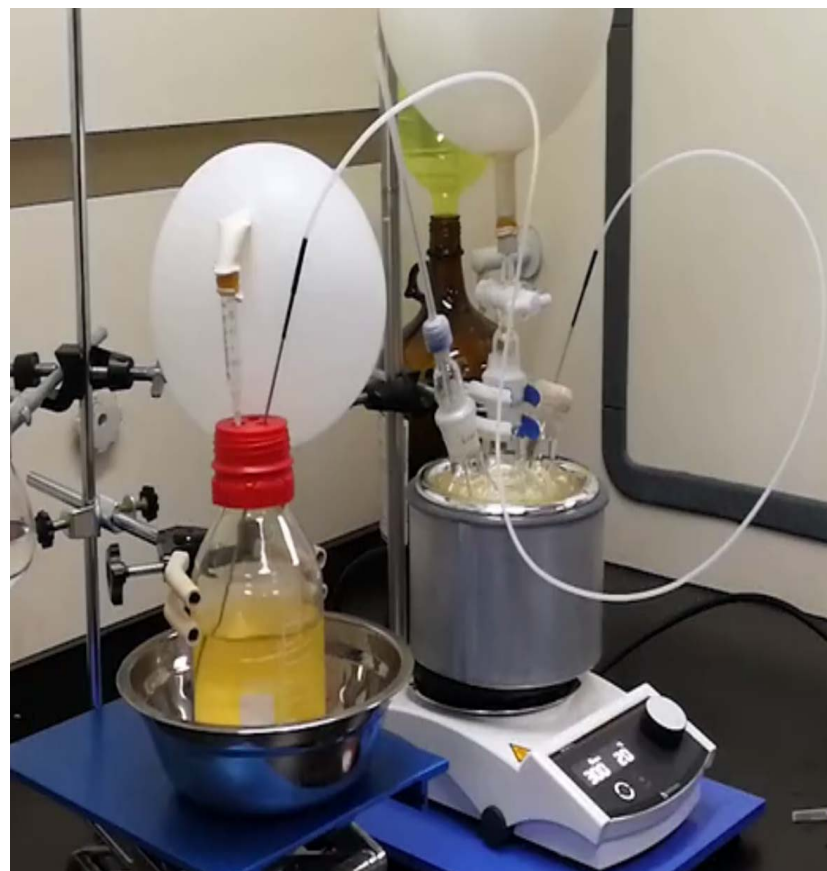
➤ 提醒

- 注射器吸取了基锂后，需再吸一段氮气，然后再缓慢推出，确保针头里的液体被全部排掉，防止平移过程中滴落；
- 注射完了基锂，同样先吸一段氮气，再缓慢推出，使得针头里的液体被全部排掉；
- 如果针头不带螺口，应该用橡胶带紧密缠绕针头接口处，大多数事故都是针头脱落导致。



➤ 叔丁基锂的取用-----双头针

- 将双头针的一端插入试剂瓶的液面之上，使得氮气通过双头针对针内的气体进行置换；
- 置换完毕后，将双头针的一端插入反应瓶内，另一端针头插入试剂液面以下，打开反应瓶的排气阀通过压力差把叔丁基锂试剂压入反应瓶内；
- 滴加完后，把试剂瓶内的针头提离液面，使双头针管路内残留的叔丁基锂溶液全部压入反应瓶中，关闭排气阀。使用完的双头针在清洗之前同样使用无水THF进行淬灭，然后清洗。



➤ 提醒

- ▶ 速度调节：通过改变试剂瓶与反应瓶的高度差或者排气阀的排气速度来调节滴加速度。（建议使用**排气阀控制**）。
- ▶ 添加量测量：加入的量可以通过试剂瓶上的体积刻度读取或者利用天平减重法精密加入。



➤ 注意事项

- (1) 使用丁基锂时，最好**不要一个人单独操作**，以免有意外情况时一个人无法处理；
- (2) 丁基锂着火时，须用沙土灭火，平时须在伸手可及的地方备有灭火的沙土；
- (3) 使用丁基锂的反应体系以及溶剂等应当**严格的无水无氧**；
- (4) 丁基锂不要沾到或滴落到易燃物质上；
- (5) 取丁基锂的过程中会出现针头堵死的情况，**切勿用力挤压**；
- (6) 一旦有丁基锂滴落到台面或地上，不要紧张，立即用石棉布或沙子覆盖；
- (7) 丁基锂的**加入速度要严格控制**。如天气湿度稍大的话，被冷冻的瓶子暴露在液氮-乙醇浴液面以上的部分其外壁会结很厚的冰霜，基本无法清楚观察反应瓶里反应的快慢情况。

➤ 视频资源

金属有机试剂安全转移操作：

<https://www.bilibili.com/video/av26174704>

叔丁基锂的使用：

<https://www.bilibili.com/video/BV1EW411N7go/>



Thanks for your attention!