丁基锂使用操作规程及注意事项

为避免实验人员在使用丁基锂(正丁基锂和特丁基锂)时发生事故，以及发生危险时实验人员能迅速有效的进行处置，减少人员和财产损失，特丁基锂的安全使用做如下规定。本规定仅适用于实验室小量实验，量大的实验应找一个单独的空房间并报院里批准。

一、准备工作

1.各学术小组的丁基锂应由导师指定专人订购和保管。使用前需向保管人申请，经导师同意，并接受过专门培训，非正常的上班时间不得擅自使用。

2.带上防护面罩、防护手套、防火实验服、至少两人以上全程在场。

3.把反应体系周边的各种可燃试剂、废液瓶、废液桶等一切可燃物质拿开，充分评估安全风险。

4.准备好灭火毯、石棉布、沙桶或灭火器等消防器材。

5.丁基锂的浓度应提前查文献根据文献标定。丁基锂试剂若是开封过，使用过应仔细检查是否密封严实，底部是否有白色沉淀等杂物，如已失效不得使用。

6.检查取用丁基锂的针头与注射器是否绝对密封和绝对牢靠，避免取液和加液全程针头不会从注射器上脱落，确保取液和加液全程不会漏液。

7.尽可能使用螺口连接的注射器和针头，针头长短和粗细应适当，太长易在操作中折弯、太短不易伸到丁基锂的液面以下（避免将丁基锂瓶子倾斜取液）。针头太粗易在丁基锂瓶子的密封盖上和反应瓶的翻口塞上留下较大的窟窿（影响气密性），太细易堵。因玻璃注射器的内芯和套筒的气密性得不到保证，应避免使用玻璃注射器。

8. 将干冰+丙酮冷阱制备好，特别要注意丙酮在杜瓦品中的深度，确保反应全程及添加干冰等环节丙酮都不会溢出，因溢出的丙酮流淌到搅拌器周边极易引起着火。

9.丁基锂（正丁基锂尤其是特丁基锂）碱性极强（特丁基锂pK接近53），化学性质非常活泼，与底物反应会相当剧烈，因此反应全程必需在低温和惰性气体（高纯氮气下或高纯氩气，99.99%，高纯氩气为首选）保护下进行，需要检查气瓶气体存量是否足够使用。过量和未反应完的丁基锂均得在低温下用合适的试剂淬灭，严格按照可靠的文献进行。

二、操作步骤：

1.把丁基锂瓶子固定在铁架台上，用与鼓泡器并联的惰性气体流速适中的连接的干燥洁净的针头小心插到丁基锂瓶的橡皮密封盖以内几毫米，不得接触液面、更不得伸入液面，不要沿着上次的孔插入；

2.将用来取丁基锂的注射器排净空气后插入一个充有惰性气体的干燥的瓶子里缓慢吸入惰性气体取出排空再插入吸入惰性气体再排空，重复至少三次；

3.将排空空气的注射器插入丁基锂的液面以下，上移注射器的活塞取出预先计算好的丁基锂的毫升数（注射器活塞抽出量不得超过总容积的60%），然后将针头从液面下缓慢移上来，排出注射器内的气泡（丁基锂试剂瓶可微微倾斜，注意针不要太弯曲，避免针头脱落），再将活塞抽出20%的长度以保证针头中的丁基锂都回到注射器中，在针头从丁基锂瓶子抽出以前应缓慢地往复移动活塞10%的幅度确保针头内滞留的液体全部收集到注射器中。

3.吸取好需要的量后，一手握紧注射器、另一只手牢固的抓紧针头前端从丁基锂瓶子中安全地抽出来，此时应尽力避免吸入空气或者滴出丁基锂，迅速转移，将注射器稳妥的插入反应瓶中，控制好滴加速度缓慢滴加到反应体系中。

4.滴加完以后，要注意避免注射器和针头中还有滞留的少量的丁基锂，所以要求在针头从反应体系中拔出以前应通过活塞反复抽推多次。如一次操作取量不够，要么提前选用大一号的注射器，要么取一套新的注射器重复以上操作。严禁重复使用同一个注射器移取，以免污染和意外。

5.将用完排空的丁基锂的注射器插入预先备好的水中快速抽水而淬灭极微量残留在针头和注射器筒体中的丁基锂，放置一段时间后将注射器筒体和针头分开，针头放入利器盒或洗净烘干供下次使用，筒体可以继续泡在水中。

6.将丁基锂的外盖拧紧、用封口膜将丁基锂试剂瓶瓶口封住（注意封口膜上不要沾上水），在瓶外做好可靠的标记（如某年某月某日谁使用多少体积等）。

7.套一个大小合适的结实的自封袋放入冰箱保存。

8.严禁未经淬灭就把反应体系搁置，避免给自己和他人留下安全隐患。将消防器材（石棉布、沙桶和灭火器）放回原位。

三、注意事项

1.严禁人少时操作，以免发生意外时无法处理。

2.使用丁基锂的反应体系以及溶剂等应当严格的无水无氧。

3.丁基锂不要沾到或滴落到可燃物质上（如杜瓦品中的丙酮冷浴中）；

4.取丁基锂的过程中会出现针头堵死的情况（空气湿度大时针头前方结固体或反口塞的橡皮屑被塞进了针头孔），必需头脑冷静，及时告诉陪同你一起操作的人妥善处理。

5.一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。千万不要滴落到衣服或溶剂中。

6.用量较大时推荐直接使用干燥洁净的不锈钢导管通过可控制流速的合适的惰性气体的微小正压将丁基锂（尤其是特丁基锂建议这样操作）缓慢地滴加到反应体系中，随时中断的措施是适时的将不锈钢导管从丁基锂液面以下抽到液面以上。

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干冰-丙酮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。有的同学凭干冰-丙酮中干冰气化冒泡的速度推断放热来判断反应的进程会因滞后而失控。

8.使用完丁基锂的试剂瓶放于指定位置，集中后和实验室主任一起到室外处理。