**王细胜老师课题组实验操作规范及技巧**

此文档是我们组关于实验方面积累的细节和注意事项，在此与大家共享；该文档会上传至为知笔记，欢迎小伙伴们添加各自的实验遇到的问题和解决方案，这样可以让大家共同借鉴.

1.空气敏感试剂的保存及称量：

第一步：检测双排管的真空度；对于一些敏感的试剂，对双排管及油泵的真空度要求较高，需先用水银真空计检测双排管的各个支口的真空度，达到要求后方可使用双排管. (因为真空度较差的双排管，即使抽换三次氮气之后，反应瓶中仍然残留少量的空气，无法长时间保存敏感性试剂)

第二步：抽换体系；用止血钳分别夹住氮气瓶出口端以及油封端的软管，用短玻璃管连通双排管的抽气和氮气管道，抽除氮气管道中的气体，切断抽气端后置换氮气，置换三次即可. (因为实验室有充气球的习惯，当拔下软管会导致氮气管道进入空气，靠排气的办法是没办法完全排出氮气管中的空气)

第三步：敏感试剂的保存及称量; 当完成上两步之后，拿到一瓶新的试剂，需要先将储存支管置换三次氮气后，在氮气下加入敏感的试剂，然后抽气置换三次氮气；在称取小反应时，应将储存试剂的支管连在氮气，在鼓氮条件下取出一点试剂进行称量，尽可能保护瓶中的试剂不暴露于空气当中. 如果试剂对空气非常敏感，需在手套箱称取.

常见的试剂：

Ni(COD)2：请选用Alfa aesar 最小包装2g装，该品牌的产品是块状的固体，相较于其他品牌稳定性更好；小辣椒品牌的Ni(COD)2是细小粉末状固体，非常敏感，且不易称取.

AgSbF6：如果有发现在空气条件下存放的AgSbF6，该产品已经坏了，不可使用；该试剂对水汽极其敏感，需储存在支管或者手套箱中，同时需在手套箱中称取.请选用Aldrich或者Acros品牌产品.

吴兵兵

整理于20200917

2.试剂及溶剂的纯化

对于买来的试剂或者溶剂，有时候纯度达不到实验的要求，就需要对其进行纯化。需要提醒的是，进行纯化时应严格按照《试剂及溶剂纯化手册》进行处理，以免出现不必要的危险. 如常见的二氯甲烷，不可选用金属钠作为干燥剂，会出现爆炸的情况，所以纯化试剂或者溶剂时应谨慎。《试剂及溶剂纯化手册》有各种试剂和溶剂的纯化方法，按照上面的方法处理即可。但有时其中的处理方法相对比较繁琐，这个时候请咨询有经验的师兄师姐.

《试剂及溶剂纯化手册》会上传至组里面的为知笔记，可自行下载.

检索的方法：打开文档后，Ctrl+F，输入CAS号后，就能到达检索页面.

吴兵兵

整理于20200917

3.手套箱的使用

手套箱的维护非常重要，提供两点建议：(1)在手套箱的氮气置换室中，瓶子不可造成密闭体系，因为在抽真空时，瓶子上的塞子会由于内部压力被蹦出；正确的操作是：将塞子拿下或者预先将瓶子抽成真空状态；(2)不建议在手套箱中使用挥发性的溶剂，如THF，Et2O等等；因为这些溶剂会挥发至手套箱内，在称取敏感性催化剂时，溶剂气体会形成配位，导致催化剂失效。操作可采用在手套箱中称取敏感型的试剂，回到双排管后再添加溶剂.

吴兵兵

整理于20200917