

简易多路气体分流装置在有机实验教学中的应用

戴洁, 陆大东, 叶涛, 程旭*

南京大学化学化工学院, 化学国家级实验教学示范中心, 南京 210023

摘要: 介绍了一种简易多路气体分流装置, 可以简单方便地将惰性气体分流供应多个学生同时使用, 并确保每条支路气流量充足。该套装置可以提高操作的安全性同时减少资源的浪费, 它拆装方便, 可以在不使用时进行存放储藏, 有效地减小占有空间。

关键词: 气体分流; 有机化学实验; 本科实验教学

中图分类号: G64; O6; G305

Application of Simple Multi-Channel Gas Shunt Device in Undergraduate Laboratory

Jie Dai, Dadong Lu, Tao Ye, Xu Cheng *

National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education, School of Chemistry & Chemical Engineering, Nanjing University, Nanjing 210023, P. R. China.

Abstract: A simple multi-channel gas distribution device is introduced, which can easily and conveniently distribute the inert gas to multiple students at the same time, and ensure sufficient air flow for each branch. The device can improve the safety of operation and reduce the waste of resources. It is convenient to disassemble and assemble, facilitating easy usage and storage, while saving spaces.

Key Words: Gas splitter; Organic chemistry experiment; Undergraduate laboratory teaching

过渡金属催化反应已逐渐发展成为合成化学中的一个重要研究领域^[1]。过渡金属具有未充满的价层 d 轨道, 基于十八电子规则, 较多的空 d 轨道使得过渡金属易于形成较稳定的配合物。过去 20 年里, 过渡金属催化反应多次获得诺贝尔化学奖^[2]。2010 年, Heck、Negishi 和 Suzuki 因研发“有机合成中的钯催化的交叉偶联反应”而获得诺贝尔化学奖^[3]。Suzuki-Miyaura 交叉偶联反应, 由铃木章在 1979 年首先报道, 该反应是在钯配合物的催化下, 芳基硼酸或硼酸酯与卤代芳烃发生交叉偶联的过程。Suzuki 偶联反应是构建 $C_{sp^2}-C_{sp^2}$ 键的高活性、高选择性、高官能团容忍性的反应策略^[4], 被广泛应用于天然产物全合成、医药、农药等合成领域中^[5]。Suzuki-Miyaura 反应可以在水存在的条件下顺利进行, 但是对氧气敏感, 反应过程需要在惰性气体氛围下进行。在大多数 Suzuki-Miyaura 反应中, 能否有效地进行惰性气体保护是决定反应成败的一个关键因素。

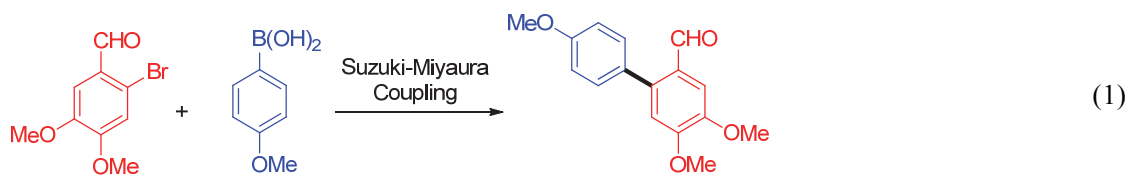
收稿: 2020-01-09; 录用: 2020-01-28; 网络发表: 2020-03-02

*通讯作者, Email: chengxu@nju.edu.cn

基金资助: 南京大学“十三五”实验教学改革研究重点课题(SY201920)

1 设计背景

2016年, 南京大学承办了第十届全国大学生化学实验邀请赛, 我们首次将 Suzuki-Miyaura 交叉偶联反应(式 1)应用到竞赛中, 取得非常好的效果, 得到参赛院校师生的广泛好评。随后, 我校基础有机教学实验室的老师通过进一步的优化改进成功将其引入到教学实验课程中^[6], 该反应与以往教学实验相比, 首次引入无氧操作概念, 同时涉及实验过程用薄层色谱分析(TLC)进行跟踪, 快速柱层析等实验操作。通过该反应让学生了解 Suzuki-Miyaura 交叉偶联反应的反应机理, 即过渡金属催化剂通过氧化加成-转金属化-还原消除几个步骤构建具有重要合成价值的芳香类化合物。该反应的开展丰富了学生的知识体系, 锻炼了学生的综合操作能力, 为学生后续开展科研工作打下坚实基础, 实现了基础实验教学与科学研究的衔接。



目前, 在科研实验室中, 最常用的无氧操作为 Schlenk 操作和手套箱操作。手套箱比较昂贵, 占地面积大, 不适合在基础实验室推广, 与之相比, Schlenk 操作显得更经济方便。Schlenk 操作中一般需使用双排管、液封等装置以保证体系与外部空气隔绝, 反应体系首先要使用真空泵抽真空, 再充入惰性气体, 如此重复操作三次, 以确保除净反应体系中的空气和水气。双排管价格较高, 为贵重玻璃仪器, 使用不当很容易造成损坏。此外, 在每个通风橱中安装一套双排管供学生使用, 造成资源和空间的浪费, 且使用频率有限, 在基础实验室条件下费效比低。在基础实验中, 采用三通抽气接头替代双排管是一种费效比突出的气体置换方案。通过三通连接 N_2 球、真空源和反应装置, 可以完成 Schlenk 操作, 快速方便。三通上的气球填充惰气是一个必要预备环节, 竞赛中学生所使用的 N_2 气球全部是由实验老师准备, 工作量较大, 而日常教学时, 学生人数众多, 工作量会更大, 且学生对无氧操作不能得到直观的认识。

本设计的目的在于提供一种简易多路气体分流装置(图 1), 可以简单方便地将惰性气体分流供应多个学生同时使用, 提高操作时的安全性, 并且减少资源的浪费, 减小占地面积, 方便拆装, 便于在不使用时进行存放储藏, 以解决上述的问题。



图 1 简易多路气体分流装置

2 仪器结构特点及使用流程

该简易多路气体分流装置如图 2 所示, 包括底板 1、侧板 2 和气体钢瓶 3, 底板 1 上通过螺栓固定安装有多管路气排分气块 4, 多管路气排分气块 4 上等距开设有支管接口 5, 支管接口 5 通过气动快插接头 6 与支管 7 连通。支管 7 的一端通过气动快插接头 6 连通有针型阀 8, 针型阀 8 通过出气管 9 连通有接头管 10, 针型阀 8 和接头管 10 均通过 U 形管卡 11 固定安装在侧板 2 上。多管路气排分气块 4 的进气口螺纹连接有球阀 12, 多管路气排分气块 4 的进气口与球阀 12 的出气口相连通。球阀 12 的进气口通过气动快插接头 6 连通有导气管 13, 导气管 13 通过减压阀 14 与气体钢瓶 3 相连通。底板 1 上通过螺钉固定安装有连接片 15, 侧板 2 通过连接片 15 固定安装在底板 1 上, 侧板 2 设置有两组, 且两组侧板 2 通过连接片 15 固定连接。

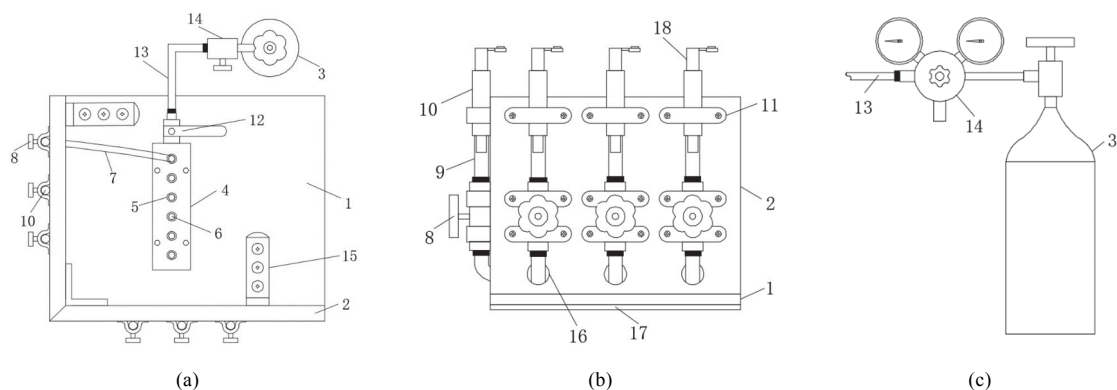


图 2 简易多路气体分流装置的俯视图(a)、侧视图(b)和气体钢瓶(含减压阀)(c)

1. 底板; 2. 侧板; 3. 气体钢瓶; 4. 多管路气排分气块; 5. 支管接口; 6. 气动快插接头; 7. 支管; 8. 针型阀; 9. 出气管; 10. 接头管; 11. U 形管卡; 12. 球阀; 13. 导气管; 14. 减压阀; 15. 连接片; 16. 通孔; 17. 橡胶垫; 18. 防尘管

连接片 15 呈 L 形设置, 夹角设置为 90° , 可以方便底板 1 和侧板 2 固定安装。支管 7、出气管 9 和导气管 13 均为 PU 管, 可以承载更高的压力。所使用 PU 管可以承受 10 个 atm, 当超过 10 个 atm 时, 气动快插会迅速弹开, 使得操作安全性更高。侧板 2 上开设有通孔 16, 支管 7 贯穿通孔 16 通过气动快插接头 6 与针型阀 8 相连通, 可以方便支管 7 与针型阀 8 连通。底板 1 的底部固定粘结有橡胶垫 17, 橡胶垫 17 设置为防滑橡胶垫, 可以提高装置放置在桌面上与桌面的摩擦力。接头管 10 上过盈插接有带有封盖的防尘管 18, 可以防止接头管 10 进入灰尘。

使用时, 去除防尘管 18, 通过打开球阀 12, 将气路分成多路, 供给多个学生同时使用, 而针型阀 8 可用来调节气体流量的大小, 当单人使用时, 可以通过针型阀 8 来关闭其他气路, 以减少资源浪费。通过连接片 15 的使用, 可以简单方便地将底板 1 和侧板 2 进行拆卸和安装, 通过 U 形管卡 11 的使用, 可以简单方便地对针型阀 8 和接头管 10 进行拆卸和安装, 方便用户在不使用时, 将装置拆卸存放, 减小占地面积。

3 使用效果

在实验教学中, 本装置的日常使用压力可以达到 0.4–0.6 MPa, 可供 6 名学生同时使用, 每次操作包含四次充气, 三次放气操作, 单批次耗时 2–4 min, 以一次实验教学课 40 人为例, 可以在 30–40 min 内完成。同时在使用过程中, 学生能直观地学习到 Schlenk 操作中多次气体置换的原理和实现方法。

4 结论

实践证明, 该简易多路气体分流装置可成功应用到有机化学本科生实验教学中, 达到了设计的

预期目的, 学生在使用过程中反响很好。由科研成果转化而来的 Suzuki-Miyaura 金属偶联反应的引入^[7], 提高了学生的动手能力, 丰富了学生的知识体系, 为学生将来的科研生涯打下了扎实基础。

参 考 文 献

- [1] Crabtree, R. *The Organometallic Chemistry of the Transition Metals*, 45th ed.; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, New Jersey, 2005.
- [2] (a) Ault, A. *J. Chem. Educ.* **2002**, 79 (5), 572.
(b) Casey, C. P. *J. Chem. Educ.* **2006**, 83 (2), 192.
- [3] Wu, X. F.; Anbarasan, P.; Neumann, H.; Beller, M. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2010**, 49 (48), 9047.
- [4] (a) Miyaura, N.; Suzuki, A. *Chem. Rev.* **1995**, 95 (7), 2457.
(b) Suzuki, A. *J. Organomet. Chem.* **1999**, 576 (1), 147.
(c) Han, F. S. *Chem. Soc. Rev.* **2013**, 42 (12), 5270.
- [5] (a) Armstrong, R. W.; Beau, J. M.; Cheon, S. H.; Christ, W. J.; Fujioka, H.; Ham, W. H.; Hawkins, L. D.; Jin, H.; Kang, S. H. *J. Am. Chem. Soc.* **1989**, 111 (19), 7530.
(b) Coleman, R. S.; Walczak, M. C.; Campbell, E. L. *J. Am. Chem. Soc.* **2005**, 127 (46), 16038.
(c) Nicolaou, K. C.; Bulger, P. G.; Sarlah, D. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2005**, 44 (29), 4442.
(d) Torborg, C.; Beller, M. *Adv. Synth. Catal.* **2009**, 351 (18), 3027.
- [6] Dai, J.; Lu, D.; Ye, T.; Yu, S.; Cheng, X. *J. Chem. Educ.* **2019**, 96, 2672.
- [7] An, X. D.; Yu, S. *Org. Lett.* **2015**, 17 (11), 2692.