

尿素络合分离饱和烃中的正构烷烃

1 原理

尿素晶体或分子筛的孔道非常小，只有链烷烃且是正构烷烃可以通过，因此可以使用尿素晶体将正构烷烃进行络合，然后再进行分离，可以将饱和烃中的正构烷烃和其他烃类进行分离。

2 实验操作

称取 15 mg 饱和分子试剂瓶中，加入一毫升正己烷充分溶解饱和分样品，然后逐滴加入饱和的尿素甲醇溶液，该过程会生成絮状沉淀。直至不再生成新的絮状沉淀物，并在上层形成上清液，加入部分尿素颗粒并停止加入尿素甲醇溶液，密封后置于冰箱(4℃)反应 12 h，期间可再次加入部分尿素甲醇溶液并延长反应时间以保证反应充分。反应结束后，逐滴加入正己烷可观察到有沉淀生成，继续加入正己烷会出现分层现象，摇匀保证尿素完全与正己烷生成沉淀。取上层清液（正己烷相），再用正己烷（5 mL）萃取三次，即得到非正构组分。可使用填有 3 g 硅胶的固相萃取柱，以 20 mL 正己烷为洗脱试剂，将非正构组分进一步纯化，除去可能掺入的尿素。或静置后待尿素沉淀至瓶底取清液。加入 5 mL 超纯水将包合物分解，使用正己烷（5 mL）萃取三次即可得到正构组分。可采用相同方法对正构组分进行纯化。

3 安全风险点及防护措施

3.1 安全风险点

- 1.核心溶剂正己烷和甲醇高度易燃，其蒸气与空气混合易形成爆炸性混合物。
- 2.操作时挥发的易燃蒸气可能在空间内积聚，遇点火源即会爆燃。
- 3.正己烷、甲醇具有毒性，可通过吸入和皮肤接触损害健康。

3.2 防护措施

- 1.实验期间严格远离明火、热源及火花，坚持在通风橱内操作。
- 2.确保通风橱有效运行，并尽量减少试剂的敞口时间，随用随盖。
- 3.必须佩戴合适的防化学品手套（如丁腈手套）和防护眼镜，穿实验服。