

3.2.26 化学品纯化方法数据库

数据库介绍:

化学品纯化方法数据库是上海有机所化学数据库(www.organchem.csdb.cn)的重要组成部分, 目前收录了5000余种化学品的纯化方法。包括了化学品的标识、常见杂质、纯化方法等内容, 比较详尽的介绍了纯化实验的操作步骤。用户可通过化学品的中英文名称、CAS号、分子式等检索化学品并查看其纯化方法, 也可直接浏览常用溶剂的纯化方法。

检索方式与示例:

1) 根据名称检索 化学品名称可进行精确检索和模糊检索, 分别如图 3.2.26.1 和 3.2.26.4 所示。

例 1 和例 2 检索结果如图 3.2.26.2 和 3.2.26.5 所示, 从中可以看出模糊检索和精确检索的区别。点击化学品名称的连接, 可以查看化学品详细的纯化方法。本数据库的纯化方法一共包括了 15 项内容, 硫酸的纯化方法内容如图 3.2.26.3 所示。

Chemical Database: [化学品纯化数据库-->化合物检索](#) [化合物检索](#) [溶剂纯化方法](#) [返回上一页](#)

检索关键字: 检索式:

精确检索 模糊检索 (检索词中可包含 '*' , 匹配任意字符)

图 3.2.26.1 根据名称精确检索 (例 1)

Chemical Database: [化学品纯化数据库-->产品检索结果](#) [化合物检索](#) [溶剂纯化方法](#) [返回上一页](#)

检索关键词: 硫酸

检索结果列表:

序号	化学品名称	CAS号	分子式	化学品类型
1	硫酸	7664-93-9		无机化合物与金属有机化学品

当前页码: 1/1, 10条纪录/页

如有其他问题, 请联系 daijif@mail.sioc.ac.cn. 我们将竭诚为您服务。

图 3.2.26.2 根据名称精确检索的结果 (例 1)

Chemical Database: [化学品纯化数据库-->产品检索结果](#) [化合物检索](#) [溶剂纯化方法](#) [返回上一页](#) [我要纠错](#)

1. 化学品标识

化学品类型	无机化合物与金属有机化学品
化学品名称	硫酸
相对分子质量	64.1
CAS NO	7664-93-9

$$\begin{array}{c} \text{O} \\ || \\ \text{O}-\text{S}-\text{O} \\ || \\ \text{O} \end{array}$$

2. 理化性质

密度	d 1.83
电离常数	pK _{25,1} 约-8.3, pK _{25,2} 1.99

3. 纯化方法及其他

方法说明 硫酸及30%的发烟硫酸, 用全耐热玻璃真空线蒸馏, 选择过硫酸钾。也可以从液体的一水合物分步结晶。脱水, 对皮肤有腐蚀作用, 立即用水冲洗。

图 3.2.26.3 硫酸的纯化方法

化学数据库: [化学品纯化数据库-->化合物检索](#) [化合物检索](#) [溶剂纯化方法](#) [返回上一页](#)

检索关键字 检索式

精确检索 模糊检索(检索词中可包含'%'，匹配任意字符)

图 3.2.26.4 根据名称模糊检索 (例 2)

化学数据库: [化学品纯化数据库-->产品检索结果](#) [化合物检索](#) [溶剂纯化方法](#) [返回上一页](#)

检索关键词: 硫酸

检索结果列表:

序号	化学品名称	CAS号	分子式	化学品类型
1	氨基乙腈二硫酸盐	151-63-3		有机化学品
2	S-(L)-刀豆氨酸硫酸盐	2219-31-0		有机化学品
3	对甲氨基苯酚硫酸盐	55-55-0		有机化学品
4	3,6-二氨基吡啶硫酸盐(原黄素硫酸盐)	1811-28-5		有机化学品
5	4,5-二氨基-2,6-二羟基嘧啶硫酸盐(二氨基尿嘧啶硫酸盐)	32014-70-3		有机化学品
6	4,5-二氨基-6-羟基嘧啶半硫酸盐	102783-18-6		有机化学品
7	二水合蓬宁硫酸盐	6119-70-6(一水); 804-63-7(无水)		有机化学品
8	鲑精胺硫酸盐	2482-00-0		有机化学品
9	吩嗪甲硫酸盐	299-11-6	C13H12N2O4S	有机化学品
10	1-甲基-1-苯胍硫酸盐	33008-18-3		有机化学品

[下一页](#) [最后一页](#) 当前页码:1/11, 10条纪录/页

如有其他问题, 请联系daijief@mail.sioc.ac.cn. 我们将竭诚为您服务。

图 3.2.26.5 根据名称模糊检索的结果 (例 2)

2)根据化学品的分子式检索 输入待化学品的分子式,不区分大小写。也可以指定模糊检索,如图 3.2.26.6 检索含 4 个碳原子的含氮化合物,结果如图 3.2.26.7。

化学数据库: [化学品纯化数据库-->化合物检索](#) [化合物检索](#) [溶剂纯化方法](#) [返回上一页](#)

检索关键字 检索式

精确检索 模糊检索(检索词中可包含'%'，匹配任意字符)

图 3.2.26.6 根据分子式模糊检索 (例 3)

序号	化学品名称	CAS号	分子式
1	全氯丁二烯	87-68-3	C4Cl6
2	一水合哌嗪二盐酸盐	142-64-3(含两分子的盐酸); 6094-40-2(含x分子的盐酸)	C4H14N2OCl2

当前页码:1/1, 10条纪录/页

图 3.2.26.7 根据分子式模糊检索的结果 (例 3)

3)根据化学品的 CAS 号检索 CAS 号有无短划线均可,不区分模糊检索和精确检索,CAS 号必须完全正确方可得到命中结果。例如检索 CAS 号为 50-00-0 的化学品,输入“50000”就可以检索了,得到的结果如图 3.2.26.9 所示。

化学数据库: [化学品纯化数据库](#)—>[化合物检索](#) [化合物检索](#) [溶剂纯化方法](#) [返回上一页](#)

检索关键字 检索式

精确检索 模糊检索(检索词中可包含'%'，匹配任意字符)

图 3.2.26.8 根据 CAS 号检索 (例 4)

序号	化学品名称	CAS号	分子式
1	甲醛(福尔马林)	50-00-0	

当前页码:1/1, 10条纪录/页

图 3.2.26.9 根据 CAS 号检索的结果 (例 4)

4)浏览常用溶剂纯化方法 点击[溶剂纯化方法](#),便可浏览常用溶剂的纯化方法,见图 3.2.26.10:

化学数据库: [化学品纯化数据库](#)—>[溶剂纯化方法](#) [化合物检索](#) [溶剂纯化方法](#) [返回上一页](#)

输入溶剂名称

精确检索 模糊检索(检索词中可包含'%'，匹配任意字符)

序号	溶剂信息	纯化方法
1	乙缩醛 Acetal	用Na干燥以除去醇和水,并使醛聚合,然后分馏。或者用碱性H ₂ O ₂ 溶液于40~45℃处理以除去醛,然后将溶液用NaCl饱和,分离, K ₂ CO ₃ 干燥,与Na蒸馏。
2	乙酰胺 Acetamide	结晶:溶于热MeOH(0.8mL/g)中,用乙醚稀释,静置[Wagner J Chem Educ 7 1135 1930],或者用丙酮、苯、氯仿、二氧六环、乙酸甲酯或苯-乙酸乙酯混合物(3: 1和1: 1)结晶。产品用HCl洗过的活性炭(用水反复冲洗直至不含氯离子)处理后用热水重结晶,再用热的50%EtOH溶液重结晶,最后再用热的95%EtOH重结晶2次[ChriStoffers and Kegeles J Am Chem Soc 85 2562 1963],最后,加P ₂ O ₅ 的真空干燥器中干燥。乙酰胺也可用蒸馏法(b 221~223℃)或真空升华法纯化,亦可用含5%(体积分数)苯的环己烷重结晶2次纯化,过滤得针状晶体,用少量蒸馏水洗, N ₂ 气吹干[Slebocka-Tilk et al J Am Chem Soc 109 4620 1987]。
3	乙酸36% Acetic acid 36%	通常杂质为痕量的乙醛和其他可氧化的物质和水(冰醋酸极易吸湿。含0.1%的水即可使其熔点降低0.2℃)。纯化:加入乙酸酐使之与水反应,在CrO ₃ 的存在下(2g/100mL)在刚刚低于其沸点的温度加热1h,然后分馏[Orten and Bradfield J Chem Soc 960 1924, 983 1927],亦可用2%~5%(质量分数)KMnO ₄ 代替CrO ₃ ,加热回流2~6h。痕量水的去除:加入四乙酰硼砂(将质量比为1:5的硼酸与乙酸酐加热至60℃,冷却,过滤制得)回流,然后蒸馏[Eichelberger and La Mer J Am Chem Soc 55 3633 1933]。亦可用0.2g%的2-萘磺酸为催化剂,与乙酸酐回流[Orten and Bradfield J Chem Soc 983 1927],其他合适的干燥剂还包括CuSO ₄ 和三乙酰铬, P ₂ O ₅ 将一些乙酸转变为酐,与不含噻吩的苯或乙酸丁酯共沸蒸馏除去水[Bird—whistell and Griswold J Am Chem Soc 77 873 1955],或用部分冷冻法纯化。 快速纯化方法:加入5%乙酸酐和2%CrO ₃ ,回流,分馏。

图 3.2.26.10 浏览常用溶剂纯化方法

除了浏览外,也可以检索指定溶剂:

化学数据库: [化学品纯化数据库](#)—>[溶剂纯化方法](#) [化合物检索](#) [溶剂纯化方法](#) [返回上一页](#)

输入溶剂名称

精确检索 模糊检索(检索词中可包含'%'，匹配任意字符)

图 3.2.26.11 检索名称中含有“砷”的溶剂

化学数据库: [化学品纯化数据库-->溶剂纯化方法](#) [化合物检索](#) [溶剂纯化方法](#) [返回上一页](#)

检索结果列表:

序号	溶剂信息	纯化方法
1	二甲亚砜 Dimethyl sulfoxide	(产品为)无色、无味、十分吸湿的液体, 由甲硫醚合成。主要杂质为水与痕量的二甲基砷。可用Karl-Fischer法测试。用Linde 4A或13X分子筛干燥: 持续用其干燥并通过此物质柱, 然后减压蒸馏。其他干燥剂包括CaH ₂ 、CaO、BaO和CaSO ₄ 。亦可通过部分冷冻法分离结晶。更广泛的纯化方法为: 与新鲜加热并冷却的色谱纯氧化铝放置过夜。然后与CaO回流4h, CaH ₂ 干燥, 低压分馏。更好的干燥二甲亚砜的干燥剂参见Burfield and Smithers。快速纯化方法: 与新活化的氧化铝、BaO或CaSO ₄ 放置过夜。过滤, 与CaH ₂ 减压(约12mmHg)蒸馏。用4A型分子筛保存。

当前页码: 1/1, 10条纪录/页

如有其他问题, 请联系 daijif@mail.sioc.ac.cn。我们将竭诚为您服务。

图 3.2.26.12 检索名称中含有“砷”的溶剂的结果

如果点击溶剂信息的链接, 就可以查看溶剂的其他信息。

化学专业数据库: [精细化工产品数据库-->产品/项目详细信息](#) [返回上一页](#) [我要纠错](#)

试剂名称	二甲亚砜																														
英文名称	Dimethyl sulfoxide																														
CAS号码	67-68-5 (查看化合物结构与其他信息)																														
分子式	C ₂ H ₆ O _S																														
元素成分	C 30.75%, H 7.74%, O 20.48%, S 41.04%																														
熔点	18.55°C																														
沸点	189°C; bp ₁₆ 79.83°C / 2.133kPa																														
闪点	203°F (95°C, 开杯)																														
相对密度	d ₂₀ ₄ 1.100																														
折射率	n ₂₀ _D 1.4783																														
LD50	LD ₅₀ 大鼠口服: 17.9mL/kg																														
中文别名	二甲基亚砜																														
英文别名	DMSO; Methyl sulfoxide; Rheumabene; Rimso-50; Sclerosol; Somipront; SQ-9453; Sulfinylbismethane; Syntexan; Deltan; Demeso; DMS-70; Demasorb; Demavet; DMS-90; Dolicur; Domoso; Dromisol; Gamasol qo; Hyadur; Kemsol																														
性状	无色黏稠液体。极易吸潮。无味。溶于水、乙醇、乙醚、丙酮、苯、氯仿。mp 18.55°C; bp 189°C; bp ₁₆ 79.83°C / 2.133kPa; bp ₁₂ 72.5°C / 1.6kPa; Fp 203°F (95°C, 开杯); d ₂₀ ₄ 1.100; n ₂₀ _D 1.4783。LD ₅₀ 大鼠口服: 17.9mL/kg。																														
注意事项	使用时应避免与眼睛及皮肤接触。应密封于干燥处保存。																														
主要用途	分析试剂。气相色谱固定液。紫外光谱分析、核磁共振用溶剂。用于纸层析和气体层析。也用于测定分子量、黏度。渗透剂。机体组织的保存。射线烧伤的保护。农药配制等。																														
参考规格	<table border="1"> <thead> <tr> <th>企标</th> <th>分析纯</th> <th>化学纯</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>含量(GC) / % ≥</td> <td>99.0</td> <td>99.0</td> </tr> <tr> <td>相对密度d₂₀₄</td> <td>1.098~1.102</td> <td>1.08~1.13</td> </tr> <tr> <td>折射率n₂₀_D</td> <td>1.477~1.479</td> <td></td> </tr> <tr> <td>凝固点 / °C</td> <td>18~20</td> <td>16.5~19</td> </tr> <tr> <td>杂质最高含量</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>水溶解试验</td> <td>合格</td> <td></td> </tr> <tr> <td>灼烧残渣 / % ≤</td> <td>0.02</td> <td></td> </tr> <tr> <td>水分 / % ≤</td> <td>0.5</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>游离酸(以H₂SO₄计) / % ≤</td> <td>0.02</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	企标	分析纯	化学纯	含量(GC) / % ≥	99.0	99.0	相对密度d ₂₀ ₄	1.098~1.102	1.08~1.13	折射率n ₂₀ _D	1.477~1.479		凝固点 / °C	18~20	16.5~19	杂质最高含量			水溶解试验	合格		灼烧残渣 / % ≤	0.02		水分 / % ≤	0.5	1	游离酸(以H ₂ SO ₄ 计) / % ≤	0.02	
企标	分析纯	化学纯																													
含量(GC) / % ≥	99.0	99.0																													
相对密度d ₂₀ ₄	1.098~1.102	1.08~1.13																													
折射率n ₂₀ _D	1.477~1.479																														
凝固点 / °C	18~20	16.5~19																													
杂质最高含量																															
水溶解试验	合格																														
灼烧残渣 / % ≤	0.02																														
水分 / % ≤	0.5	1																													
游离酸(以H ₂ SO ₄ 计) / % ≤	0.02																														
参考单价	500mL : 28.50 23.80元																														

图 3.2.26.13 二甲亚砜的详细信息