**格氏试剂与锌试剂滴定标准操作**



**饱和LiCl四氢呋喃溶液的配置：**

取装配有磁力搅拌子的双口圆底瓶，称入干燥的LiCl (100 mmol)，在连有冷阱的高真空泵（< 1×10-2 mbar）上抽真空状态下加热至140 oC，搅拌4 h。之后恢复至室温，用注射器加入200 mL干燥的四氢呋喃。室温下搅拌24 h，直至LiCl全部溶解，静置待用。

**滴定操作：**

取装备有磁力搅拌子的25 mL Schlenk管，将其置于烘箱中烘干后转移至干燥器中放至室温。精确称取单质碘（254 mg, 1 mmol）于上述Schlenk管中。用注射器移取5 mL LiCl的饱和四氢呋喃溶液加入Schlenk管，开始搅拌。碘单质完全溶解后，将体系温度用冰浴降至0 oC，用1 mL注射器取金属试剂缓慢进行滴定，直至碘单质的棕色消失，等待30秒后颜色不再出现即为滴定终点，记录加入金属试剂的体积。根据上述方程式计算金属试剂的浓度。

参考文献：Krasovskiy, A.; Knochel, P. *Synthesis* **2006**, *5*, 0890-0891.