

有机合成试剂 制备手册

黄 枢 谢如刚 编著
田宝芝 秦圣英



四川大学出版社

有机合成试剂制备手册

黄 枢 谢如刚 编著
田宝芝 秦圣英

四川大学出版社

1988·成都

内 容 简 介

本手册收集了有机合成实验中有机的和无机的常用试剂、新试剂四百余种（在国内容易买到的试剂不在收集之列），详细介绍了可靠的制备方法，并列出了各种试剂的性质、用途、美国化学文摘(C.A.)登录号和有关文献。书末附录了“常用有机溶剂的纯制方法”和“常见元素和取代基及其倍数的质量”表。

本手册可供大专院校化学、化工、生化、药化等专业师生以及科研院所、工厂的科研人员和技术人员进行有机合成实验时使用。

有机合成试剂制备手册

黄 枢 谢如刚 编著
田宝芝 秦圣英

责任编辑 马佑国

*

四川大学出版社出版（四川大学内）

四川省新华书店发行

成都二十六中印刷厂印刷

*

开本：850×1168 1/32 印张：18.5 字数：400千字

1988年8月第一版 1988年8月第一次印刷

印数：6000册

标准书号：ISBN 7-5614-0066-7/O·13

定价：6.45元

前 言

进行有机合成实验时经常遇到的困难是许多试剂不易获得，而自行合成又需花费很多时间查找资料。因此，常感需要一本试剂制备手册以供使用。本手册就是为适应此需要而编写的。

在选择编写内容时，我们以L.F.Fieser和M.Fieser合编的Reagents for Organic Synthesis (ROS), Vol.1—11(1967—1984)为依据。该书收集了数以千计的有机合成试剂，详细介绍了它们的用途，在有机合成工作中具有重要参考价值。我们从这部书中选出常用试剂和新试剂共408种，广泛收集资料，编成此书。为了使本手册的篇页不致太多，以下几种情况不在选编之列：（1）在国内已有商品而又容易买到的试剂，（2）用途太偏太窄的试剂，（3）用时只须简单地配制即成的复合试剂，（4）制备难度太大，反应步骤太多或需要使用结构复杂的专用仪器才能制得的试剂。

本手册着重介绍各种试剂的制备方法。有多种制法时，我们选择了那些在一般实验室容易实现的，收率比较高的，或比经典方法有所改进的方法；或介绍二种以上的制法以便供读者选用。在叙述制法时，我们保持了原文献的内容，所以操作手续详略相差甚大。为了适应合成实验的需要，在书末编列了两个附录：“常用有机溶剂的纯制方法”和“常见元素和取代基及其倍数的质量”。

在制法之外，本手册还编列了各种试剂的分子量（MW）、性状、物理常数、用途、在ROS各卷中的页码、美国化学文摘（CA）登录号（排在试剂名称的左边）、Dictionary of Org-

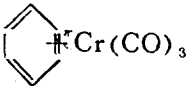
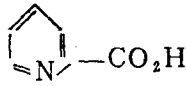
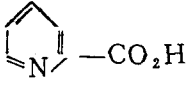
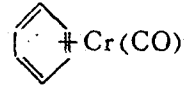
anic Synthesis, 5th ed(1982)的编号(排在试剂名称的右边),
以及用途评述和制法的有关参考文献,以便读者需要时参考。

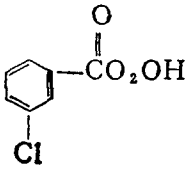
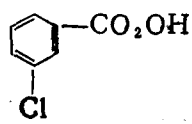
本手册系初次编成,在内容和编排等方面难免有不当之处,
请广大读者批评指正。

编 者

1 9 8 8 . 8 .

勘 误 表

页 行	误	正
目录8 倒5	D4me	Dime
目录9 4	Dip tassium	Dipotassium
2 8	磷酸	热磷酸
4 倒7	m_D^{30}	n_D^{20}
13 9	宝温	室温
17 倒1		
19 3		
30 4	+ PP2h ₃	+ 2PPh ₃
45 10	制双 (双亚)	制双 (亚)
50 10	氯化钠	氯化钾
57 倒2	升三氮	升三氯
57 倒1	在剧热	在剧烈
61 10	有强热的	有强烈的
61 倒1	(反应式箭头前) $\text{>N}\dot{\text{B}}\text{r}$	$\text{>N}\dot{\text{H}}$
61 倒1	(反应式箭头后) $\text{>N}\dot{\text{H}}$	$\text{>N}\dot{\text{B}}\text{r}$

页	行	误	正
66	倒 8	制法 $(C_2H_5)_2POH$	制法 $(C_2H_5O)_2POH$
68	3	$ClCH_2CO(CH_3)_3$	$ClCH_2OC(CH_3)_3$
76	1	+ $(H_3CO_3)_2O$	$(CH_3CO)_2O$
76	倒 7	五羰基	五羰基
82	6	促使羰酸	促使羧酸
96	倒 8	加无氯	加无水氯
100	3		
101	倒 3	(结构式) $-CH_2C_6H_5$	$-C_6H_5$
102	2	(同上)	$-C_6H_5$
118	倒 4	碘化铜	碘化亚铜
128	倒 6	氢化氢	氟化氢
140	5	+ $2HC$	+ $2HCl$
152	倒 2	+ $NH_3 + H_2O \rightarrow$	NH_3, H_2O —————→
153	1	(结构式)	(删去)
172	10	$2 K_2Co(CN)_6$	$2 K_4Co(CN)_6$
177	倒 5	二氯甲	二氯二甲
179	1	并—1	并—18
179	7	酸洗氧	酸性氧

页	行	误	正
182	倒 2	武剂	试剂
189	1	0.0867 溶	0.867。溶
189	倒 8	浴温升较	浴温升至
192	2	$\rightarrow(\text{C}_5\text{H}_5\text{O})$	$\rightarrow(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2$
192	14	$(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_5$	$(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2$
196	3	Dii n	Diiron
205	2	2, - 3 二	2, 3 一二
208	2	XNM ии	Xим
208	倒 9	碘化	碘化
223	倒 1	I_3	I_2
234	6	微生物	衍生物
236	倒 6	溶体	液体
246	倒 9	(箭头后) CH_2OO	CH_2OCCl
251	倒 8	PCl_3	PCl_5
259	6	$(\text{H}-\overset{+}{\text{N}}=\text{N}=\overset{-}{\text{N}})$	$(\text{H}-\overset{+}{\text{N}}=\overset{+}{\text{N}}=\overset{-}{\text{N}})$
267	9	羟基呱啶	羟基哌啶
271	10	内径约25厘米	内径约25毫米
282	倒 8	氧气银	氧化银
825	倒 4	水汽冷凝	水冷凝
291	1	正丙基锂	正丁基锂

页	行	误	正
299	12	氧基氯化	氧基氢化
300	倒 7	氮气导入管	橡皮注射帽
300	倒 6	100毫升	1000毫升
301	9	成酯	成醇
305	11	0.75摩尔溶度	0.75摩尔浓度
313	5	$\text{Hg}(\text{OCOCH}_3)_2$	$\text{Hg}(\text{OCOCF}_3)_2$
323	3	15厘米	15毫米
329	10	并去次真空	再次真空
332	倒 2	至于不再	至不再
343	5	仲酸	仲醇
345	16	四氟硝酸	四氟硼酸
361	倒 6	到不再吸收为止、	剂不再吸收为止。
364	倒 1	$\text{COCH} = \text{CHCH}_3$	$\text{CH}_3\text{COCH} = \text{CHCH}_3$
371	倒 6	nitroxide	nitroperoxide
371	倒 4	画在气态	而在气态
371	倒 1	成醛胺	成酰胺
378	6	40毫升20	40毫升20%
378	8	针粉	锌粉
380	倒 4	$\text{PhN} = \text{Cl}_2$	$\text{PhN} = \text{CCl}_2$
381	7	硫羧胺甲	二硫代甲

页	行	误	正
388	倒 8	进一步	这一步
389	6	脱氢	脱氧
390	8	在1200	和1200
398	倒 5	三乙烷	三乙硅烷
404	9	作为碱如用	作为碱用
408	7	外伸干	外伸部
414	5	赞存者	保存者
433	8	电热极	电热板
433	倒 9	抽出玻璃棒	抽出玻璃管
436	5	异丙胺	异丙醇
441	9	强烈气……215	强烈氮气……2.5
456	倒 5	(40℃/mm)	(40℃/22mm)
459	13	+ 4 S → + H ₂ S	+ 3 S → + H ₂
461	9	2 公斤倾	2 公斤碎
469	倒 2	在常迫	在常压
471	9	合钨(O)	合钨(O)
477	倒 3	4.57克	457克
480	倒 5	(2.1摩尔)	(0.41摩尔)
480	倒 3	(1 摩尔)	(0.2摩尔)
490	5	如唑、	如噻唑、

页	行	误	正
498	倒2	(136.5毫	(36.5毫
500	倒2	$2(\text{C}_2\text{H}_5)_3\cdot 5$	$2(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{N}\cdot 5$
506	7	$3\text{Cl}\begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{CH}_2 \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{O} \end{array}$	$3\text{ClCH}_2\text{CH}-\text{CH}_2$ $\quad \quad \quad \diagdown \quad \diagup$ $\quad \quad \quad \text{O}$
510	1	大多数羧	大多数羧
511	3	$\text{CF}_3\text{SO}_2-\text{O}-$	$\text{CF}_3\text{SO}_2-\text{O}-$
517	倒1	过滤棒	吸滤管
520	倒6(二处)	釜	瓶
529	10	三苯胺	三苯磷
531	8, 9	$+\text{Cl}_2(\text{C}_6\text{H}_5)_3$	$+\text{Cl}_2\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3$
555	3	加入量	加入少量
558	3	硫磺钙	硫酸钙
560	5	正乙烷	正己烷
563	5	过纸	过低

目 录

1. 甲乙酐 Acetic—formic anhydride..... (1)
2. 乙酸磷酸酐 Acetic—phosphoric anhydride... (2)
3. 乙酸对甲苯磺酸酐 Acetic p—toluenesulfonic
anhydride..... (3)
4. 丙酮腈 Acetyl cyanide..... (4)
5. 1—乙酰基—2—硫脲 1—Acetyl—2—thiourea... (5)
6. 亚2—烯丙基三苯正磷 Allylidenetriphos-
nylphosphorane (6)
7. 烯丙基三甲基硅烷 Allyltrimethylsilane..... (7)
8. 铝汞齐 Aluminium amalgam..... (8)
9. 溴化铝 Aluminium bromide..... (9)
10. 氢化铝 Aluminium hydride..... (12)
11. 异丙醇铝 Aluminium isopropoxide..... (14)
12. 2—氨基—2—甲基—1—丙醇 2—Amino—2—
methyl—1—propanol..... (15)
13. 亚硝酸异戊酯 i—Amyl nitrite..... (16)
14. 吡啶甲酸银 Argentic picolinate..... (17)
15. 锰酸钡 Barium manganate..... (18)
16. 苯三羰基铬 Benzene chromium tricarbonyl... (19)
17. 四氟硼酸重氮苯 Benzenediazonium tetrafluor-
oborate (20)
18. 苯硒基氯 Benzeneselenenyl chloride..... (21)
19. 苯亚硒酸酐 Benzeneseleninic anhydride..... (23)

20. 苯硒酚 Selenophenol (24)
21. 苯硫基氯 Benzenesulfonyl chloride..... (26)
22. 苯磺酰基叠氮 Benzenesulfonyl azide (27)
23. 苯偶姻环碳酸酯 Benzoin cyclic carbonate ... (28)
24. 苄基双(三苯膦)氯化钯 (I) Benzylchloro-
bis (triphenylphosphine) palladium (I)
..... (29)
25. N—苄基羟胺 N-Benzylhydroxyamine..... (31)
26. 3—苄基—5—(2—羟乙基)—4—甲基—1, 3—
噻唑氯鎓盐 3-Benzyl-5-(2-hydroxyethyl)
-4-methyl-1, 3-thiazolium chloride (32)
27. 苄基钠 Benzyl sodium (33)
28. 苄基三乙基氯化铵 Benzyltriethylammonium
chloride..... (34)
29. N—苄基三氟甲磺酰胺 N-Benzyltriflamide..... (35)
30. 双(1,5—环辛二烯)镍(0) Bis(1,5-cyclo-
octadiene) nickel (0) (36)
31. 双(二亚苄基丙酮)钯(0) Bis(dibenzyl-
deneacetone) palladium (0) (37)
32. 双(1,3—二苯基咪唑烷亚基—2) Bis(1,3-
diphenylimidazolidinylidene—2) (39)
33. 2,4—双(4—甲氧基苯基)—1,3—二硫杂—2,4—
二膦烷—2,4—二硫化物 2,4-Bis(4-me-
thoxyphenyl) -1,3,2,4-dithiadiphosphetane-
2,4 -disulfide (40)
34. 双(3—甲基—2—丁基)硼烷 Bis(3-methyl-2
-butyl) borane..... (42)
35. 双(苯硫基)甲烷 Bis(phenylthio) methane... (43)

36. 双(亚水杨基)乙二亚胺钴(Ⅰ) Bis(salicylidene) ethylenediimino cobalt(Ⅰ) ... (44)
37. 重铬酸双(四正丁基铵) Bis(tetra-n-butylammonium) dichromate ... (46)
38. 双(N-对甲苯磺酰基)硫代二亚胺 Bis(N-P-toluenesulfonyl) sulfodiimide ... (47)
39. 氢化硼双(三苯磷)铜(Ⅰ) Bis(triphenylphosphine) copper(Ⅰ) tetrahydroborate... (48)
40. 双(三苯磷)二氯化钯(Ⅰ) Bis(triphenylphosphine) palladium(Ⅰ) chloride ... (50)
41. 9-硼双环[3,3,1]壬烷 9-Borabiscyclo[3,3,1]-nonane ... (51)
42. 硼烷-甲硫醚 Borane-Dimethyl sulfide... (52)
43. 硼烷-1,4-氧硫杂环己烷 Borane-1,4-oxathiane ... (53)
44. 硼烷-吡啶 Borane-pyridine ... (54)
45. 三溴化硼 Boron tribromide... (55)
46. N-溴代乙酰胺 N-Bromoacetamide ... (57)
47. 溴化二甲基溴磺 Bromodimethylsulfonium bromide ... (58)
48. ω-溴-对溴苯乙酮 p-Bromophenacyl bromide ... (59)
49. N-溴代丁二酰亚胺 N-Bromosuccinimide ... (61)
50. 一溴三氯甲烷 Bromotrichloromethane ... (63)
51. 三甲基溴硅烷 Bromotrimethylsilane ... (64)
52. 叠氮甲酸叔丁酯 t-Butyl azidoformate ... (65)
53. 叔丁碳酸二乙基磷酸酐 t-Butylcarbonic diethylphosphoric anhydride... (66)

54. 叔丁基氯甲基醚 t-Butyl chlormethyl ether ... (68)
55. 铬酸—叔丁酯 t-Butyl chromate (69)
56. 叔丁基二甲基氯硅烷 t-Butyldimethylchlorosilane (70)
57. 叔丁基氢过氧化物 t-Butyl hydroperoxide(TB-HP) (71)
58. 次氯酸叔丁酯 t-Butyl hypochlorite (72)
59. 叔丁基异腈 t-Butyl isocyanide (74)
60. α -锂代乙酸叔丁酯 t-Butyl lithioacetate (75)
61. 正丁基锂 n-Butyllithium (77)
62. 叔丁基锂 t-Butyllithium (79)
63. 叔丁氧碳酰氟 t-Butyloxycarbonylfluoride (BOC-F) (80)
64. N,N'-羰基二咪唑 N,N'-Carbonyldiimidazole (82)
65. N-羰基氨基磺酰氯 N-Carbonylsulfulfamic acid chloride (83)
66. 卡洛酸 Caro's acid (85)
67. 儿茶酚硼烷 Catecholborane (87)
68. 氟氧代硫酸铯 Cesium fluoroxysulfate (88)
69. 氯胺 Chloramine (89)
70. 邻氯醌 o-Chloranil (91)
71. 1-氯苯并三唑 1-Chlorobenzotriazole (92)
72. 氯化二甲基氯磺 Chlorodimethylsulfonium chloride (94)
73. 氯碘甲烷 Chloriodomethane (95)
74. 氯甲基甲基醚 Chloromethyl methyl ether (96)

75. 氯甲基甲基硫醚 Chloromethyl methyl sulfide
..... (97)
76. 2—氯—2—氧—1,3,2—苯并二氧磷杂五环 2—
Chloro—2—oxo—1,3,2—benzodi-
oxaphosphole (98)
77. 间氯过氧苯甲酸 m-Chloroperbenzoic acid, ... (100)
78. 5—氯—1—苯基四唑 5—Chloro—1—phenyl-
tetrazole (101)
79. N—氯代丁二酰亚胺—甲硫醚 N-Chlorosuccin-
imide—Dimethyl sulfide..... (102)
80. 2—氯四氢呋喃 2—Chlorotetrahydrofuran...
..... (103)
81. 1—氯—N,N,2—三甲基丙烯胺 1—Chloro-
N,N,2—trimethylpropenylamine (104)
82. 乙酸亚铬 Chromium (Ⅱ) acetate (107)
83. 六羰基铬 Chromium hexacarbonyl (109)
84. 氯化亚铬 Chromous chloride (112)
85. 硫酸亚铬 Chromous sulfate..... (113)
86. 乙酸氧铬 Chromyl acetate (114)
87. 铬酰氯 Chromyl chloride..... (115)
88. 乙酸钴 Cobalt (Ⅱ) acetate..... (116)
89. 碘化亚铜 Copper (Ⅰ) iodide (117)
90. 活性铜粉 Copper powder, active (118)
91. 三氟甲磺酸亚铜 Copper (Ⅰ) trifluoromethane-
sulfonate (119)
92. 18—冠—6 18—Crown—6 (121)
93. 氰化亚铜 Cuprous cyanide..... (124)
94. 溴化氰 Cyanogen bromide (125)

95. 氯化氰 Cyanogen chloride (126)
96. 氰脲酰氟 Cyanuric fluoride (128)
97. 1, 5-二氮杂二环[4.3.0]壬烯—5 1, 5-Diazabicyclo[4.3.0]nonene-5 (130)
98. 1, 4-二氮杂二环[2.2.2]辛烷 1,4-Diazabicyclo[2.2.2]octane (131)
99. 重氮乙酰氯 Diazoacetyl chloride (134)
100. 重氮甲烷 Diazomethane (135)
101. 2-重氮丙烷 2-Diazopropane (138)
102. 二苯并—18—冠—6 Dibenzo-18-crown-6
..... (139)
103. 过氧化二苯甲酰 Dibenzoyl peroxide (141)
104. 二硼烷 Diborane (143)
105. 1,1-二溴烷基锂试剂 1,1-Dibromoalkyllithium
reagents (146)
106. 2,6-二叔丁基—1,4—苯醌 2,6-Di-t-butyl-1,4-
benzoquinone (147)
107. 二正丁基铜锂 Di-n-butylcopperlithium (148)
108. 二碳酸二叔丁酯 Di-t-butyl dicarbonate (149)
109. 2,6-二叔丁基—4—甲基吡啶 2,6-Di-t-butyl-4-
methylpyridine (152)
110. 二羰基环戊二烯基钴 Dicarbonyl cyclopentadi-
enylcobalt (154)
111. 二氯双(三苯膦)合镍(Ⅱ) Dichlorobis(triphenyl
—phosphine) nickel (Ⅱ) (155)
112. 二氯双(三苯膦)合钯(Ⅱ) Dichlorobis
(triphenyl phosphine)palladium(Ⅱ) (156)
113. 二氯硼烷 Dichloroborane (157)