



有机实验室 常用试剂的 纯化和制备

冯骏材 朱晔 编

有机实验室常用试剂的 纯化和制备

冯骏材 朱 眯 编

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书收集实验室常用试剂及合成中间体的制备和纯化方法 500 余条。在条目的选择上不求全、不求多,以常用、常见的为主,以求实用。其资料主要取自相关的工具书和期刊,并列出相应的参考文献,供读者查阅时参考。

本书可供大专院校从事化学、化工、环境保护、生物、生化、医学、材料等专业的师生及科研院所、厂矿的科研技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机实验室常用试剂的纯化和制备/冯骏材,朱晔编. —北京:科学出版社,2006. 6

ISBN 7-03-017063-6

I. 有… II. ①冯…②朱… III. ①有机合成-有机试剂-纯化-技术手册②有机合成-有机试剂-制备-技术手册 IV. TQ421. 1-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 025382 号

责任编辑: 张 析 / 责任校对: 朱光光

责任印制: 安春生 / 封面设计: 王 浩

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencecp.com>

雨 源 印 刷 厂 印 刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2006 年 6 月第一 版 开本: A5(890×1240)

2006 年 6 月第一次印刷 印张: 11 3/4

印数: 1—3 000 字数: 345 000

定价: 38.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换(新欣))

编者的话

随着化学研究的普及和深入以及学科之间的交叉，有机化学的研究已涉及有机化学以外的许多学科，如无机化学、物理化学、分析化学、材料化学、高分子化学、药物化学、环境科学、生命科学、医学等。因此，不少从事合成有机化学研究和分析化学的工作者，以及从事相关化学科学的研究人员（包括从事化学研究的研究生），常常在试剂的提纯和合成中间体的制备及纯化方面需要用较多的时间去查阅文献资料。这些化学工作者及从事化学研究的研究生，很希望能自备一本简易的关于有机常用试剂的纯化和制备方面的书籍，我们本着这样的想法，参考常用的大型工具书和国内外的部分期刊，按照“常用”这个原则，选编了部分资料，编写成《有机实验室常用试剂的纯化和制备》一书，希望对在实验室从事化学研究的工作者有所帮助。本书对条目的选择不求全、不求多，以常用、常见的为主。我们准备在此基础上逐步收集新的试剂或新的纯化和制备方法，以便在将来再版时加以充实。

为了满足不同工作者的需要，我们在本书的目录中，按汉字的汉语拼音排序，书后索引则按相应英文名称字母排序。

虽然在编写过程中，尽量地避免编写错误，但难免在对条目的选择及内容的编写上还有很多不足之处，甚至错误，希望读者在使用中不断批评指正，以便在重印或再版时更正。

在编写过程中，参阅了许多国内外的工具书和期刊，但书后只列出部分参考文献。在此书出版之际，谨对这些工具书的国内外编者及期刊中的作者表示谢意。

编 者

2006年1月

目 录

编者的话	i
试剂汉文名索引.....	v
正文.....	1
附录	
附录一 红外光谱与化学结构的关系.....	261
附录二 核磁共振和化学结构的关系.....	274
附录三 质谱.....	286
附录四 常用有机化合物及其衍生物常数表.....	294
附录五 常用酸碱等溶液的密度和百分组成表.....	319
附录六 恒沸混合物.....	327
附录七 盐在不同温度下的溶解度.....	343
附录八 酸离解常数.....	345
附录九 水的蒸气压力和密度 (0~35℃)	346
附录十 常见元素的原子量表.....	347
试剂英文名索引.....	348
主要参考书目.....	359

试剂汉文名索引

A			
阿勃斯脱 (Amberlyst) A26 负载化			
铬	1	苯基脲	12
2-氨基吡啶	1	苯基三甲基三溴化铵 (PTT)	13
3-氨基吡啶	1	苯甲醛	14
氨基胍硫酸盐	2	苯甲酰丙酮	14
氨基磺酸	2	苯甲酰氯	15
6-氨基己酸	3	苯肼试剂	15
氨基锂	3	苯硫氯	15
氨基硫脲	3	苯硒酚	16
2-氨基硫酸酯	4	苯硒氯	17
		苯乙腈	17
		吡啶	17
		吡啶-氢溴酸盐过溴化合物	18
B		吡啶-三氧化硫	19
巴弗试剂	4	苄叉苯乙酮 (查耳酮)	19
钯	4	苄醇	20
钯炭	5	4-苄基吡啶	20
薄层用硅胶	8	苄基碘	20
薄层用聚酰胺	8	苄基锂	21
薄层用微晶纤维素	8	苄基钠	21
薄层用氧化铝	8	苄基三甲基碘化铵	22
饱和亚硫酸氢钠溶液	9	苄基三甲基氯化铵	22
本尼迪克特试剂	9	苄基三乙基氯化铵	22
苯	9	苄基双 (三苯膦) 氯化钯 (II)	23
苯氨基硫脲	10	苄氯	24
苯磺酰氯	10	苄溴	24
苯基锂	11	冰乙酸	25
苯基钠	12	“冰”偏磷酸	25
		丙醇	25

1, 2-丙二醇	26	1, 4-丁二胺	43
1, 3-丙二醇	26	2, 3-丁二酮	43
丙二腈	26	γ -丁内酯	44
丙三醇	27	丁酮	44
丙酸	27	丁酰氯	45
丙酮	27	对氨基苯磺酸	45
丙酮腈	28	对苯二甲酸二甲酯	45
丙酮酸甲酯	28	对称二氯二甲醚	46
丙酮缩 1, 2-丙三醇	30	对二甲苯	46
丙烯腈	30	对甲苯磺酸酐	47
丙烯酰氯	31	对甲苯磺酰叠氮	47
铂催化剂	31	对甲苯磺酰氯	48
C			
草酸铵	33	对硝基苯乙酮	48
草酸二甲酯	33	多聚磷酸	48
草酸二乙酯	33	多磷酸酯 (PPE)	49
草酸钾	34	E	
草酸氢钾	34	二苯氨基脲	49
草酰氯	34	二苯并-18-冠-6	50
重氮甲烷	35	1, 3-二苯基丙酮	51
重氮乙酸乙酯	35	二苯基镉	51
重铬酸吡啶盐	36	二苯基膦锂	51
重铬酸钾	37	二苯基碳化二亚胺	52
重铬酸双(四正丁基铵)(TBAD)	37	二苯联硒	53
醇钠	38	二苯醚	54
次氯酸钾水溶液	38	二苄叉丙酮	54
D			
氮气	38	二苄醚	54
碘	40	二苄氯化钯 (II)	55
N-碘代丁二酰亚胺	40	1, 4-二碘丁烷	55
碘化亚铜	41	1, 3-二环己基脲	55
叠氮酸	42	二环己基硼烷	56
丁孢砜	42	二环己基碳二亚胺 (DCC)	56
		4-二甲氨基吡啶 (DMAP)	57
		N, N-二甲基苯胺	57
		二甲基镉	57

N, N-二甲基甲酰胺	58	二乙醇胺	73
二甲基甲酰胺缩二乙醇	59	二乙二醇单乙醚	74
二甲基甲酰胺缩乙二醇	59	二乙二醇二甲醚	74
二甲基铜锂	59	二乙基氨基锂	75
二甲基亚甲基碘化铵	60	二乙基硫脲	75
二甲基乙酰胺	60	二乙基铜锂	75
二甲酰亚胺钠	60	二乙氧基氯化铝锂	76
二甲亚砜	61	二异丙基氨基锂	76
二硫化碳	61	二异丙基氨基钠	76
2, 3-二氯-5, 6-二氟基-1, 4-苯醌 (DDQ)	62	二正丁基锡	77
二氯化钯	63	二正丁基铜锂	77
二氯化铂	63	F	
二氯化碘苯	64	斐林试剂	78
二氯甲烷	64	分子筛	78
1, 2-二氯乙烷	65	呋喃甲醇	79
二吗啉基磷酰氯	65	2-呋喃甲酰氯	79
二茂锇	66	2-呋喃锂	80
二茂钴(II)	66	G	
二茂镍	66	刚果红试纸	80
二茂铁	67	铬酸单叔丁酯	80
二氢茉莉酮	68	铬酰氯	80
2-(2-氟乙基)醚	68	汞	81
1, 3-二噻烷	68	固体醛试剂	81
二叔丁基过氧化物	69	光气	82
二缩三乙二醇	69	硅胶负载铬酸氧化剂	82
2, 4-二硝基苯肼	70	过氧苯甲酸	82
1, 4-二溴丁烷	70	过氧化苯甲酰	84
1, 2-二溴乙烷	70	过氧化二叔丁基	84
二氧化铂	71	过氧化钠	85
二氧化硅-氧化铝	71	过氧化氢	85
二氧化硒	72	过氧间氯苯甲酸(MCPBA)	86
1, 4-二氧六环	72	过氧三氟乙酸	87
1, 4-二氧六环-溴络合物	73	过氧乙酸	87
二乙胺	73		

H			
还原镍	88	甲基硫脲	102
环丁烯砜	88	甲基三苯基溴化𬭸	103
环己醇	89	甲基三正辛基氯化铵	103
环己酮	89	4-甲基-2-戊酮	103
环己烷	89	甲醛	104
环己烯	90	甲醛缩二甲醇	104
环硫乙烷	90	甲醛肟	105
环戊二烯钠	91	甲酸	105
环戊酮	91	甲酸三乙胺	106
环戊烷	92	甲酸乙酯	106
活性二氧化锰	92	甲酰胺	106
活性炭	93	3-甲氧基丙腈	107
活性铜粉	93	甲氧基氢化铝锂	107
活性锌	93	甲乙酸酐	107
活性氧化铝	94	间二甲苯	108
J		酒石酸铵	108
吉腊德-P 试剂	94	酒石酸钾钠	108
吉腊德-T 试剂	95	酒石酸氢钾	109
季戊四醇	95	酒石酸锑钾	109
甲苯	96	聚苯乙烯基锂	109
甲醇	96	K	
甲醇钾	97	卡洛酸	110
甲醇钠	98	L	
甲磺酸酐	98	铑(含钯)炭催化剂 (10% Rh)	
甲磺酰氯	99	111	
N-甲基-2-吡咯烷酮	99	邻苯二甲酸二甲酯	111
甲基丙烯酸甲酯	100	邻苯二甲酸二正丁酯	111
甲基丙烯酸乙酯	101	邻二甲苯	112
甲基环己烷	101	磷酸三苯酯	112
甲基环戊烷	101	磷酸三正丁酯	113
甲基磺酸乙酯	102	硫代乙酸	113
甲基锂	102	硫化硼氢化钠	113
		硫化氢	114

硫脲	114
硫氰酸异丙酯	115
硫酸二甲酯	115
硫酸二乙酯	115
六氟苯	116
六甲基磷酰胺	116
六甲基亚磷酸三胺	116
六乙基亚磷酸三胺	117
卢卡氏 (Lucas) 试剂 (HCl-ZnCl ₂ 试 剂)	117
铝汞齐	118
3-氯丙烯	118
ω-氯代苯乙酮	118
氯代环己烷	119
α-氯代乙苯	119
氯碘甲烷	120
氯铬酸吡啶锑盐-氧化铝 (PCC-Al ₂ O ₃) 配合物	120
氯铬酸吡啶盐 (PCC)	120
氯铬酸吡啶盐/三氧化二铝	121
氯化钯炭 (5%Pd)	121
氯化二苯基碘	122
氯化镉	122
氯化锂	122
氯化三 (三苯膦) 合铑 (I)	123
氯化十六烷基二甲基苄基铵	124
氯化亚铜	124
氯化亚锡	125
氯化亚硝酰	125
1-氯-2, 3-环氧丙烷	125
氯甲基叔丁基醚 (四氯化碳溶液) 126	
氯气	126
氯乙酰氯	127
M	
吗啉	127
1-吗啉基-1-环己烯	128
钼酸铵试剂	128
N	
钠汞齐	128
钠砂	130
P	
硼氢化甲基三正辛基铵	130
硼氢化锂	130
硼氢化钠	131
硼氢化三甲基正十七烷基铵	132
硼氢化双 (三苯基膦) 铜 (I)	132
硼氢化四甲基铵	133
硼氢化四乙基铵	134
硼氢化锌	134
9-硼双环 [3.3.1] 壬烷 (二聚体; 9- BBN)	134
硼酸三丁酯	135
硼酸三甲酯	135
硼酸三乙酯	136
硼烷-吡啶	136
品红醛试剂	137
Q	
羟胺-O-磺酸	138
N-羟基丁二酰亚胺	138
2-羟乙基肼	139
氢	139
氢化铝锂	140
氢化铝钠	141
氢氧化钯/活性炭	141

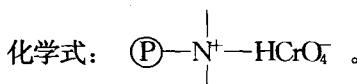
氢氧化钯/碳酸钙	142	三氟乙酸汞	159
氯化锌	142	三氟乙酸甲酯	160
氯化亚铜	142	三氟乙酸乙酯	160
氰基硼氢化钠	143	三氟乙酰氧基硼氢化钠	160
氰基硼氢化四丁基铵	144	三环己基碘化𬭸	161
氰基三甲基硅烷	145	三环己基氯化𬭸	161
氰尿酸	145	三环己基溴化𬭸	162
氰脲酰氟	145	三甲胺	162
氰乙酸	146	1, 3, 5-三甲苯	162
氰乙酸甲酯	146	三甲氧基硼氢化钠	163
氰乙酸乙酯	147	三甲氧基氯化铝锂	163
氰乙酰脲	148	三氯甲烷	164
β -巯基乙醇	148	1, 1, 1-三氯乙烷	164
巯基乙酸	149	三氯乙烯	165
炔丙基溴	149	三氯乙酰氯	165
R			
壬烷	149	1, 3, 5-三噻烷	165
肉桂酸乙酯	150	三(三苯基膦)氯化铑	166
瑞尼镍催化剂	150	三叔丁氧基氯化铝锂	166
S			
三苯基苄基氯化𬭸	153	三水合亚铁氰化钾	167
三苯基膦	153	三溴乙醛	167
三苯基氯化𬭸	154	三氧化铬吡啶络合物	168
三苯基硼	154	三乙胺	169
三苯基氰化𬭸	155	三乙醇胺	169
三苯基锗烷	155	三乙基氟硼酸氧鎓盐	170
三苯甲基氟硼酸盐	156	三乙基硅烷	170
三苯甲基高氯酸盐	157	三乙基硼	171
三苯甲基钠	157	三乙基硼氢化锂	171
三氟化硼乙醚络合物	158	三乙酰氧基硼氢化钠	172
α , α , α -三氟甲苯	158	三乙氧基氯化铝锂	172
三氟甲磺酸酐	159	三异丁基铝	172
三氟乙酸钯 (III)	159	三正丁基膦	173
		生物碱沉淀试剂	173
		生物碱显色剂	174
		十氢萘	174
		十四烷基二甲基苄基氯化铵	175

手性催化剂 {Rh [(S, S)-手性-膦]}		四乙酸铅	193
(原冰片二烯) ⁺ ClO ₄ ⁻	175	四正丁基碘化铵	194
叔丁醇	176	四正丁基氟化铵	195
叔丁醇钾	176	四正丁基硫酸氢铵 (TBAS)	195
叔丁醇铝	177	四正丁基氢氧化铵	196
叔丁基过氧化氢	177	T	
叔丁基锂	178	碳酸二乙酯	196
叔丁基氯	179	羰基三(三苯基膦)氢化铑	196
叔丁氧基氯	179	铜-银催化剂	197
双(二亚苄基丙酮)钯(0)	180	托伦试剂	197
双(2-氯乙基)醚	181	W	
双-(3-蒎烷基)硼烷	181	无水草酸	198
双(三苯膦)二氯化钯(II)	182	无水甲酸	198
水	182	无水肼	198
水合肼	183	无水氯化锡	199
水杨酸甲酯	184	无水三氯化铝	199
水杨酸乙酯	184	无水硝酸	199
四苯基锗	185	无水乙酸钠	199
四氟硼酸硝鎔	185	五氯化磷-氯化锌复合物	200
四甲基硅烷	186	戊二醛	200
四甲基脲	186	3-戊酮	200
四甲基三溴化铵	187	X	
四甲基锡	187	烯丙醇	201
四氯化钛	187	硝基苯	201
四氯化碳	188	硝基丙二酸二乙酯	202
1, 1, 2, 2-四氯乙烷	188	硝基甲烷	202
N, 2, 4, 6-四氯乙酰苯胺	189	硝酸铈铵试剂	203
四氢呋喃	189	锌粉	203
四氢呋喃甲醇	190	锌汞齐	203
四氢萘	190	锌铜偶	203
四氯乙烯	190	溴	204
四(三苯基膦)合钯(0)	191	2-溴吡啶	204
四乙基氯化铵	192		
四乙基氢氧化铵	193		
四乙基溴化铵	193		

2-溴丙酸	205	亚磷酸三甲酯	219
溴丙酮	205	亚磷酸三乙酯	220
3-溴丙烯	206	亚硫酰氯	221
ω -溴代苯乙酮	206	亚硝基丙二酸二乙酯	221
溴代丙二酸二乙酯	207	亚硝酸丁酯	222
N-溴代丁二酰亚胺 (NBS)	207	亚硝酸钠	222
溴代环己烷	208	亚硝酸异戊酯	222
N-溴代己内酰胺	208	亚硝酸银	223
溴代氯仿	208	氯	223
N-溴代乙酰胺 (NBA)	209	N-氧化吡啶	224
1-溴丁烷	209	氧化亚铜	224
2-溴丁烷	210	氧杂环丁烷	224
4-溴氟苯	210	一氯化碘	225
溴化二苯基碘	211	一缩二乙二醇	225
溴化氰	211	一氧化碳	226
溴化三(十二烷基)乙基铵 (ETDA)	212	乙苯	226
溴化十二烷基吡啶	212	乙醇	227
溴化十六烷基吡啶一水合物	212	乙醇胺	228
溴化十六烷基三丁基𬭸	213	乙酸钾	228
溴化十六烷基三甲铵	213	乙醇锂	229
溴化亚铜	214	乙醇铝	229
1-溴-2, 3-环氧丙烷	215	乙醇钠	229
α -溴-2-氯甲苯	215	乙二胺	230
溴乙腈	215	乙二醇	230
溴乙酸	216	乙二醇单丁醚	231
溴乙烷	216	乙二醇单甲醚	232
Y		乙二醇单乙醚	232
		乙二醇二甲醚	232
		乙醚	233
亚氨基二乙酸	217	乙腈	233
亚苄基丙二酸二乙酯	217	乙醛	234
亚苄基二乙酸酯	217	乙炔钠	234
“亚铬酸铜”催化剂	218	乙炔(气)	234
亚磷酸二乙酯	218	乙酸铵	235
亚磷酸三苯酯	219	乙酸钡	235

乙酸苄酯	236	乙氧亚甲基丙二酸二乙酯	249
乙酸钙	236	异丙苯	249
乙酸酐	236	异丙醇	250
乙酸铬	237	异丙醇铝	250
乙酸汞	237	异丙醚	251
乙酸钴	238	异丁醇	251
乙酸甲酯	238	异戊醇	252
乙醇钾	238	异戊烷	252
乙酸镁	239	异辛烷 (俗名) (2, 2, 4-三甲基戊烷)	
乙酸锰	239		252
乙酸钠	239	银催化剂	253
乙酸铅	240	荧光素试纸	253
乙酸叔丁酯	240	原硅酸四乙酯	253
乙酸铜	241	原甲酸三乙酯	254
乙酸铜-联苯胺试剂	242	原碳酸四乙酯	254
乙酸烯丙酯	242		Z
乙酸锌	242		
乙酸乙酯	243	正丙醇	255
乙酸正丁酯	243	正丁醇	255
乙烯基三苯基溴化𬭸	244	正丁基锂	256
乙酰丙酮	244	正丁醚	256
乙酰丙酮钴 (Ⅲ)	245	正庚烷	257
乙酰丙酮镍 (Ⅱ)	246	正癸烷	257
乙酰丙酮酸乙酯	246	正己烷	257
乙酰基二茂铁	247	正己酰氯	258
乙酰氯	247	正十六烷	258
乙酰水杨酸甲酯	248	正戊烷	259
乙酰氧基硼氢化钠	248	正辛烷	259
乙酰乙酸乙酯	249		

阿勃斯脱 (Amberlyst) A26 负载化 铬 Amberlyst-A26 on anion ex- change resins



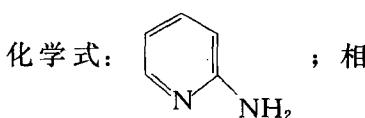
阿勃斯脱 (Amberlyst) A26 负载化铬可按下述方法制备: 将 15g (0.15mol) 三氧化铬溶于 100mL 水, 在搅拌下于室温加入 35g 氯离子型的 Amberlyst A26。搅拌 30min, 先后用水、丙酮、乙醚淋洗。然后在 50℃ 真空干燥 5h。密封于瓶中保存。该试剂的氧化当量可以按如下方法测定: 取 5g 试剂用 10mL 2mol/L 氢氧化钾水溶液浸泡过夜, 过滤, 滤液用碘定量法滴定。通常氧化当量为 3.8mmol/g。

阿勃斯脱 (Amberlyst) A26 负载化铬试剂能有效地氧化伯醇和仲醇到相应的醛和酮。

参考文献

- 1 Cainelli G, Cardillo G, Orena M and Sandri S. J Am Chem Soc, 1976, 98: 6737

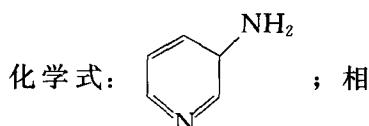
2-氨基吡啶 2-aminopyridine



对分子质量: 94.12。mp 59 ~ 60℃ bp 204~210℃。

2-氨基吡啶为无色叶片状晶体, 可由吡啶与氨基钠起亲核取代反应制得。在 1000mL 烧瓶中, 加入 250mL 干燥甲苯、75g (1.92mol) 研碎的氨基钠和 100g (1.265mol) 干燥吡啶。装上冷凝器, 将混合物加热回流 8h。冷却后倾出甲苯 (约 190mL), 用 125mL 水小心分解固体。趁热用分液漏斗分去下层氢氧化钠溶液, 将上层物料进行蒸馏, 收集 190~215℃ 馏分。将该馏分再蒸馏, 收集 207~209℃ 馏分, 得 82.5~87.5g 2-氨基吡啶。产率 69%~74%。

3-氨基吡啶 3-aminopyridine



对分子质量: 94.12。mp 58 ~ 60℃, bp 248℃。

3-氨基吡啶为无色或浅黄色针状晶体, 有吸潮性。溶于水、乙醇、苯和乙醚, 不溶于石油醚。可由烟酰胺经 Hofmann 降解制得: 在装有搅拌器和温度计的 2L 烧杯中, 加入 75g (1.87mol) 氢氧化

钠和 800mL 水，用冰浴冷却，在搅拌下加入 95.8g (0.6mol) 溴。再于 0℃ 迅速加入 60g (0.49mol) 烟酰胺，搅拌 15min 后溶液变清亮，改冰浴为水浴，在 70~75℃ 继续搅拌 45min。冷却至室温，加入冷的由 170g 氢氧化钠配成的饱和溶液。然后用约 1L 乙醚在连续提取器中连续提取 15~20h。乙醚提取液用 4~5g 粒状氢氧化钠干燥，过滤，滤液用水浴蒸去乙醚，残留物冷却后得 39~41g 粗品 3-氨基吡啶，呈暗红色结晶，熔点 61~63℃。产率 85%~89%。

将粗品 3-氨基吡啶溶于 320mL 苯和 80mL 石油醚 (60~90℃) 中，加入 5g 活性炭和 2g 亚硫酸氢钠，在水浴上加热 20min，抽滤，将滤液放置过夜结晶。过滤，用石油醚洗涤，得 28~30g 无色 3-氨基吡啶。收率 61%~65%。

氨基胍硫酸盐 aminoguanidine sulfate

化学式： $[HN=C(NH_2)NHNH_2]_2 \cdot H_2SO_4$ ； 相对分子质量： 246.26。 mp 206℃ (分解)。

氨基胍硫酸盐为无色或白色结晶。可由甲基异硫脲硫酸盐与水合

肼反应制得：将 119mL 的 42% 水合肼溶液用等体积水稀释。然后将其加入到由 139g 甲基异硫脲硫酸盐 $[HN=C(NH_2)SCH_3]_2 \cdot H_2SO_4$ 溶于 200mL 水的溶液 (10℃) 中。将反应中释放出的甲基硫醇吸收于氢氧化钠溶液中。在把反应液浓缩至 200mL 后，再加入等体积的 95% 乙醇，即析出氨基胍硫酸盐，过滤出结晶。母液浓缩后还可得到部分结晶。将固体结晶置于真空下干燥，即得成品。产率 90%。

氨基磺酸 aminosulfonic acid

化学式： H_2NSO_3H ； 相对分子质量： 97.09。 mp 200℃ (d)， d 2.151。

氨基磺酸可由发烟硫酸与尿素反应制得：在装有搅拌器的 1L 圆底烧瓶中，加入 700g 35% 发烟硫酸，小量分批地加入 60g (1mol) 研得很细的尿素，当尿素被加入后，反应立即剧烈开始，温度升高，并产生大量气体。反应过程中控制温度在 40~50℃ (可将反应烧瓶用水冷却)。尿素全部加完以后，气体还要继续产生一些时间，其间渐渐析出白色细小晶体。然后将烧瓶置于水浴上加热 1.5h，以

使反应完全。将反应物放置 1h，用砂芯漏斗滤出固体产物，即得粗品氨基磺酸。粗品氨基磺酸用 80℃热水重结晶（在 80℃的饱和溶液中，每 100g 水中含有 47.08g 氨基磺酸，在 0℃时，每 100g 水中含有 14.69g。当水溶液超过 80℃时，氨基磺酸将发生水解，生成硫酸氢铵）。得纯品氨基磺酸 90g，熔点为 200~205℃。

6-氨基己酸 6-aminocaproic acid

化学式： $\text{H}_2\text{NCH}_2(\text{CH}_2)_4\text{COOH}$ ；相对分子质量：131.18。mp 210℃（分解）。

6-氨基己酸为白色叶片状晶体，可由己内酰胺水解制得。在 500mL 圆底烧瓶中，加入 45mL 浓盐酸（密度 1.19）、150mL 水和 50g（0.44mol）己内酰胺。将反应物煮沸回流 1h，使成为透明溶液，然后在蒸气浴上减压蒸馏至干，得 6-氨基己酸盐酸盐。将盐酸盐溶于 1000mL 水中，依次用 50g 黄丹（ PbO ）粉、25g 黄丹粉、5g 新沉淀制得的氢氧化铅和 25g 氧化银粉处理，最后用硫化氢处理。在操作过程中，补加少量水，以维持原有的体积。

按上述处理将卤素和金属离子

完全除去后，将溶液浓缩到 100mL，加入 300mL 无水乙醇，在搅拌下冷却，同时慢慢地加入 500mL 乙醚，使 6-氨基己酸沉淀出来。抽滤，在真空干燥器中干燥，得 52.5~53.5g 6-氨基己酸。产率 90%~92%。

氨基锂 lithium amide

化学式： LiNH_2 ；相对分子质量：22.97。mp 380~400℃。

氨基锂可由液氨与金属锂反应制得。在 2L 三颈烧瓶上用橡皮塞装上 Hershberg 搅拌器、分液漏斗和回流冷凝器，反应系统用干燥石膏管保护。加入 300mL 干燥液氨，在搅拌下加入小份锂片，溶液立即显现蓝色。再加入几粒硝酸铁晶体，然后小份地加入锂片，直到总量为 1.5g（0.21mol）锂片。反应液蓝色消失，生成灰色的氨基锂悬浮物，此过程约需 20min。

参考文献

- 1 Hauser C R and Puterbaugh W H. J Am Chem Soc, 1953, 75: 1071

氨基硫脲 thiosemicarbazide

化学式： $\text{H}_2\text{NCSNHNH}_2$ ；相对分子质量：91.14。mp 180~