

# 现代 化学试剂手册

• 第一分册 • 通用试剂 •

段承恩 董天芳 张静 董新沈 丁婉 等编



化学工业出版社

O 652.3-62  
D 85

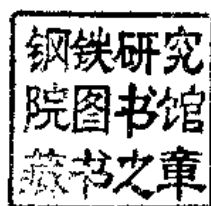
51

# 现代化学试剂手册

第一分册

## 通用试剂

段长强 孟庆芳 张泰 等编  
曹素忱 丁漪



115 / 10

化学工业出版社

## 内 容 提 要

本册为《现代化学试剂手册》第一分册,共收入教学、科研、生产最常用的化学试剂和溶剂1200多种。本书按学科体系分为无机化学试剂、有机化学试剂和有机溶剂三章。每一种分别介绍了品名、别名、结构式(有机)、分子式、分子量、理化性质、合成方法及提纯方法、用途、安全与贮存等内容,并附有主要参考文献。书后编排了试剂中文名称笔画索引、中文名称拼音索引和英文名称索引。

本书可为广大从事化学、化工、医药、轻纺、造纸、食品、地质、矿冶以及国防工业等科研、生产、实验室工作的试剂使用者、供销人员,提供较全面、较集中的参考资料。

## 现 代 化 学 试 剂 手 册

### 第 一 分 册

### 通 用 试 剂

段长强 孟庆芳 张泰 等编  
曹素忱 丁漪

责任编辑:王秀鸾

封面设计:许立

化学工业出版社出版发行

(北京和平门七区十六号楼)

化学工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所经销

开本787×1092<sup>1</sup>/<sub>16</sub>印张61字数1,554千字

1988年7月第1版 1988年7月北京第1次印刷

印 数 1~14,000

ISBN 7-5025-0094-4/TQ·56

定 价14.00元

## 编写人员名单

(以姓氏笔画为序)

|     |     |     |     |     |     |     |     |
|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 丁 漪 | 于秀云 | 马存恕 | 门秀萍 | 王兰芬 | 王悦忠 | 支祥云 | 兰利雄 |
| 刘殿瑩 | 江家渡 | 陈乐天 | 陈德明 | 陈克重 | 李家茂 | 时 雨 | 苏微先 |
| 张善先 | 张 泰 | 张 莹 | 罗代暄 | 孟庆芳 | 郑妙琪 | 段长强 | 洪少良 |
| 赵树森 | 钟承宪 | 柳小立 | 倪巨芳 | 姚正王 | 黄栋樑 | 曹素忱 | 曹建德 |
| 曾镇元 | 樊邦棣 |     |     |     |     |     |     |

## 出版者的话

化学试剂是品种繁多，用途广泛的一大类精细化学品。在国际上，已生产过的化学试剂已多达五万余种，而且随着科学技术的发展和生活的现代化，试剂类别在不断变化，品种在不断增加。经典意义的化学试剂，是指那些在化学实验室使用的各种标准纯度的纯化学物质。随着科学技术的发展，化学试剂的范围早已大大突破了这种经典定义。目前广泛使用的化学试剂，除了用于金属、非金属和有机化合物的定性、定量分析与分离的大量传统品种外，还有用于化学合成的各种反应性试剂。特别是现代科学技术，如光纤通讯、电子工业、核技术、能源、遗传工程、材料科学等的发展，均需要多种标准物质、纯工业原料、高纯试剂、特纯功能材料、生化试剂等等。

为了使广大化学试剂使用者能在浩瀚的试剂海洋中方便地获取有用的信息和资料，我们决定组织出版大型工具书——《现代化学试剂手册》。为了方便，本书基本按应用情况划类分册出版。全书拟含通用试剂、化学分析试剂、仪器分析试剂、无机离子显色试剂、生化试剂、临床试剂、高纯试剂、元素有机化合物试剂和总索引等分册（书名与册数暂定）。

与同类书相比，本书的主要特点是：

1. 读者对象以试剂应用者为主，兼顾生产者，适用面十分广泛；
2. 收集品种数量多，数据资料齐全；
3. 每个品种均有合成和提纯方法，对于用户十分必要；
4. 尽量收集别名，便于查阅；
5. 各分册都编有中文名称笔划索引、中文名称拼音索引和英文名称索引，最后一册编制总索引，可兼作英汉化学试剂名称词典使用，对于读者检索查阅十分方便。

为了随时解决各分册在编写过程中遇到的各种问题，我社组织了《现代化学试剂手册》的组织协调委员会，主要负责整套书的统筹计划，各分册内容协调和解决手册中出现的共性问题。该委员会的成员有：梁树权、王夔、曹庭礼、张泰、时雨。

编写这套化学试剂多卷大型工具书，乃属初次尝试。因此，一定会有这样或那样的问题，希望广大读者批评指正。

化学工业出版社

1986年1月

## 前 言

通用试剂泛指最常用、应用范围广的基本化学试剂。它是科研、教学、工业生产中进行化学实验、材料分析及其它专用化学试剂和精细化工合成所必需的化学品。随着科学技术的发展，通用试剂的应用日益广泛，几乎遍及各行各业。但有关通用试剂的性质、制备、贮存等技术资料和重要数据，却分载于浩如烟海的中外书刊及生产、研究单位的技术档案中，使用者了解、查阅十分不便。为此，我们从国内外文献中选取了1200多种通用试剂的合成与提纯方法、理化性质及毒理实验数据汇编成册，供读者参考。因时间有限，本册收入品种尚不齐全，有待今后陆续增补。此外，有些试剂虽属通用，但更适于划归有关专用试剂分册。

本分册在第一章编辑过程中，承蒙丁余庆副教授、陈华序教授热情帮助、指导，提出许多宝贵意见，谨此致谢。

由于时间仓促，水平所限，不妥之处在所难免，欢迎广大读者批评指正。

编者

1986.11.24

## 编辑说明

本册中所用的化合物名称,原则上以中国化学会1980年推荐使用的《无机化学命名原则》和《有机化学命名原则》为准。其中,学名过长而又有全国通用名称的,则采用全国通用名称,其学名列为别名。别名项内,尽量收入常见的俗名、商品名及各书刊常用的中英文名称。其中有些别名虽已不属精细化学品范畴,为了使用者和采购人员方便,也一并收入。

理化性质项内所列各参数数值,均代表该物质的纯品性质。本册采用的数据主要依据“CRC Handbook of Chemistry and Physics”, 58th ed. 和 “The Merck Index” 9th ed.。其中,分子量以1979年国际原子量为准;无机物的溶解度则以“Solubilities of Inorganic and Organic Compounds”, Vol. 1, Part 1 为准,除特殊注明者外,均用重量百分数即Wt%表示。

各品种的合成及提纯方法,主要源于国内外公开发行的书刊文献,计50余种。其中采用较多的是“Inorganic Synthesis”, “Organic Synthesis”, Arthur I. Vogel, “A textbook of Practical Organic Chemistry”, George Brauer, “Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie”, Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов, “Чистые химические вещества”, 日本化学会编:“实验化学讲座”、〔日〕有机合成化学协会:“有机化合物合成法”、韩广甸等编译:《有机合成化学手册》等。目的是向读者介绍实验室规模的合成或提纯的工艺路线及简单方法,以进行小批量制备参考。如需进行工业化生产,必须进一步做安全、环保、设备、经济效益核算等一系列实验与验证。

本册采用中华人民共和国法定单位及相应的符号,如:米, m; 公斤, kg; 升, L 等。其中压力单位,各文献极不统一,考虑到广大读者沿用的习惯,本册中暂换算为c. g. s. 制单位。与法定单位帕斯卡 (Pa) 的对应如下:

$$1\text{atm}=101325\text{Pa}$$

$$1\text{mmHg}=133.322\text{Pa}$$

$$1\text{kg/cm}^2=9.80665\times 10^4\text{Pa}$$

关于安全与贮存。本册采用了有关书刊载述的实验结果和数据,主要说明产品本身的特性。生产操作过程中的安全问题,多未涉及。

为了查阅检索方便,本书采用了试剂编号。其含义顺序为分册(用罗马字表示)、章、节(用括号内阿拉伯数字表示)、顺序号。例如硼,编号为I-1(1)-0003,含义为:第一分册通用试剂,第一章无机化学试剂,第一节单质,编号为3。

# 目 录

## 编辑说明

|                         |     |
|-------------------------|-----|
| <b>第一章 无机化学试剂</b> ..... | 1   |
| 第一节 单质.....             | 1   |
| 第二节 氧化物、过氧化物及氢氧化物.....  | 11  |
| 第三节 酸.....              | 46  |
| 第四节 氯化物及氯的含氧酸盐.....     | 62  |
| 第五节 氟、溴、碘及拟卤素的盐类.....   | 107 |
| 第六节 氧族元素的盐类.....        | 152 |
| 第七节 氮族元素的盐类.....        | 188 |
| 第八节 碳族及硼族元素的盐类.....     | 219 |
| 第九节 过渡元素的盐类.....        | 234 |
| 第十节 有机酸盐.....           | 244 |
| <b>第二章 有机化学试剂</b> ..... | 265 |
| 第一节 脂肪烃、脂环烃及其卤化物.....   | 265 |
| 第二节 芳香烃及其卤化物、硝基化合物..... | 289 |
| 第三节 醇、酚及醚.....          | 361 |
| 第四节 醛及酮.....            | 415 |
| 第五节 羧酸及酯.....           | 432 |
| 第六节 羧酸、酸酐、酰氯及酰胺.....    | 475 |
| 第七节 腈及异氰酸酯.....         | 579 |
| 第八节 胺及季胺盐.....          | 653 |
| 第九节 脲、胍、胥及脒.....        | 714 |
| 第十节 腓.....              | 730 |
| 第十一节 杂环类.....           | 745 |
| <b>第三章 有机溶剂</b> .....   | 793 |
| <b>中文名称笔画索引</b> .....   | 848 |
| <b>中文名称汉语拼音索引</b> ..... | 884 |
| <b>英文名称索引</b> .....     | 924 |



# 第一章 无机化学试剂

## 第一节 单 质

铝

I-1(1)-0001

Aluminium

分子式 Al

分子量 26.98154

**理化性质** 银白色有光泽的轻金属。相对密度2.702。熔点660.37℃。沸点2467℃。为电、热的良导体。在空气中表面形成致密的氧化物薄膜，能保护内层铝不致进一步同氧或水作用。铝有两性，溶于酸也溶于碱。铝的纯度越高，在酸中的反应越慢。在冷浓硫酸和浓硝酸中，由于表面钝化而不发生作用。

**提纯方法**<sup>(1)</sup> 采用三层式电解法精制。阳极用粗铝和铜的合金，阴极用纯铝（99.99%以上），电解液的组成为：BaCl<sub>2</sub>60%、NaF17%、AlF<sub>3</sub>23%或AlF<sub>3</sub>48%、NaF18%、BaF<sub>2</sub>18%、CaF<sub>2</sub>16%。电解温度约为750℃。所制得铝的纯度可达99.995%以上。

**用途** 用作还原剂，制造各种铝合金。用于有机合成。

**安全与贮存** 铝粉或铝箔应密封保存。

### 参 考 文 献

(1) 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，54，1983。

锑

I-1(1)-0002

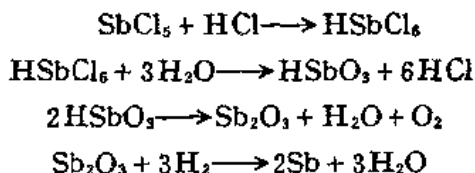
Antimony

分子式 Sb

分子量 121.75

**理化性质** 银白色有光泽的金属。相对密度 $d^{20}_4$ 6.684。熔点630.74℃。沸点1750℃。硬脆并易碎为粉末，易燃烧成氧化物。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>



取100g纯五氯化锑在搅拌下分批加到70mL浓盐酸中，（外面水冷，防止反应过于猛烈）。置水浴上于45~50℃保温，直至所生成的沉淀溶解。冷至室温，加入少量晶种，搅拌生成小结晶。过滤并用少量冰冷的浓盐酸冲洗小结晶数次。滤液在冷却下通入干燥的氯化氢还可得到部分产物，即纯氯锑酸。

溶纯氯锑酸100g于100mL冷水中，即析出锑酸沉淀，加氨水至不再有沉淀析出为止。然后置水浴上加热至沉淀下沉，以倾析法用热水洗涤数次，过滤，干燥。

## 钴

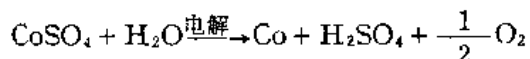
I-1(1)-0007

Cobalt

分子式 Co

分子量 58.9332

**理化性质** 银白色硬金属。有延性。相对密度8.9。熔点1495℃。沸点2870℃。能溶于稀盐酸和硫酸，易溶于硝酸。

合成方法<sup>(1)</sup>

配制每升含190~480 g 七水合硫酸亚钴的电解液进行电解。用化学纯的铅为阳极，不锈钢为阴极（预先以金钢砂处理使其表面粗糙不平，然后在75%的硝酸中放1小时使其钝化，再仔细用水洗涤）。在68℃时，阳极的电流密度 $2.5 \times 3.0 \text{ A/dm}^2$ 。钴金属的纯度约99.1~99.2%。主要杂质为镍（达0.7~0.8%）。

**用途** 用于合金、钴盐制造、电镀。玻璃色素。

**安全与贮存** 防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

[1] H. Г. 克留乞尼科夫著，申泮文等译：《无机合成手册》，高等教育出版社，61，1957。

## 铜

I-1(1)-0008

Copper

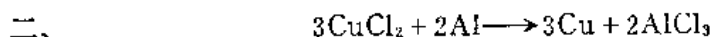
分子式 Cu

分子量 63.546

**理化性质** 有光泽带红色的金属。富展延性。相对密度8.92。熔点1083.4℃。沸点2567℃。在干燥空气中稳定。不溶于稀盐酸和硫酸；溶于硝酸和热浓硫酸。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

称取50 g 氧化铜，在管式炉中于500~520℃的温度下用氢气还原。生成的铜是易碎的物质（经过16~20小时开始变为暗褐色），在空气中十分稳定。



将100 g 二水合氯化铜与15 g 粗铝粉及少量水于瓷皿中搅拌使其反应，反应完后，再加入少量水，当沉淀上面的液体变为无色时，挑出较粗大铝粒，用倾泻法以水洗涤沉淀后抽滤之。得到的膏状物移于烧瓶内，装上带水封或汞封的搅拌器，加入100 mL 20%盐酸，用氢气排出烧瓶内的空气后，在搅拌下加热至70~90℃，使未反应的铝全部溶解。冷却，倾泻洗涤沉淀至洗涤液不呈酸性，抽滤，用乙醇及乙醚洗涤铜粉沉淀。先在空气中干燥，然后在氢气流中微热干燥，得纯铜。

**用途** 用作元素分析时的标准、催化剂、还原剂。

**安全与贮存** 防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

[1] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，440，1964。

[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издатель-

## 碘

I-1(1)-0009

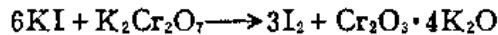
Iodine

分子式  $I_2$ 

分子量 253.81

**理化性质** 紫黑色有金属光泽的片状结晶。相对密度4.93。熔点113.5℃。沸点184.35℃。易升华，蒸气呈紫色，有刺激臭。难溶于水；易溶于乙醇、乙醚、二硫化碳、氯仿、苯和其它有机溶剂。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



取1份干燥研细的碘化钾和1.5~2份重铬酸钾混匀，放入曲颈瓶中加热，直至紫色的碘蒸气停止放出为止。所得的碘很纯，产量接近理论量。

**用途** 用作分析试剂、消毒剂。照相制版中用于碘剂和减薄液的配制。

**安全与贮存** 有腐蚀性，有毒。避光、密封贮存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，191，1964。  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 112, 1974.

## 铁

I-1(1)-0010

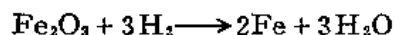
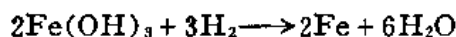
Iron

分子式 Fe

分子量 55.847

**理化性质** 灰色金属，质软。相对密度7.86。熔点1535℃。沸点2750℃。在湿空气中逐渐氧化。能溶于盐酸、硫酸及稀硝酸。发烟硝酸可使铁“钝化”，在表面产生一层氧化膜阻止它继续溶于酸。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



将氢氧化铁于110~120℃干燥后研成细粉，以薄层放入瓷管或耐熔玻璃管中，然后将管子放入电炉内。先通入干燥氢气流排出管中的空气，继续通入氢并将管子逐渐加热至深红炽热。还原作用进行到管内不再产生水分为止。让管子在氢气流中完全冷却后，将制得的铁粉贮存于磨口瓶中。

可用三氧化二铁代替氢氧化铁。还原100g三氧化二铁需要6小时。产品中含有0.05~0.15%的氧。

**用途** 用作还原剂。用于铁盐制造及电子工业。

**安全与贮存** 防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，化学工业出版社，137，1958。  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 96, 1974.

## 铅

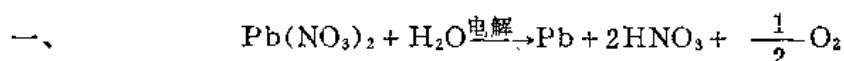
I-1(1)-0011

Lead

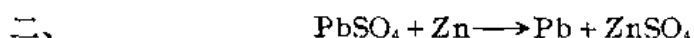
分子式 Pb

分子量 207.19

**理化性质** 蓝灰色有光泽的金属。相对密度 $d^{16}_{16}$ 11.343。熔点327℃。沸点1740℃。沸腾时蒸气有剧毒。在湿空气中表面生成氧化物薄膜即失去金属光泽。熔融时,表面形成的氧化物薄膜转变成黄色的氧化铅。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将硝酸铅(或乙酸铅)溶于水,以 $8 \times 2\text{cm}$ 石墨为电极,在电压8V,电流1.2A的条件下电解,电解液的温度约30℃,电极间距8cm。每小时约制得5g铅。



在锌板上涂一层由硫酸铅及水制成的稠糊,厚度约2.5cm,盖上另一块锌板,然后全部浸入氯化钠溶液中。经过9~10日后,硫酸铅即转变为海绵状的金属铅。

**用途** 用作分析试剂、还原剂。蓄电池材料、X-射线防护材料、合金制造。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金著,于忠等译:《无机化学试剂手册》,化学工业出版社,507,1958。  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 315, 1974.

## 镁

I-1(1)-0012

Magnesium

分子式 Mg

分子量 24.305

**理化性质** 银白色光泽金属。相对密度1.74。熔点648.8℃。沸点1090℃。湿空气中被氧化并生成暗膜。燃烧时发出眩目的白光,生成白色轻松的氧化镁粉末。溶于酸,不溶于水。能逐渐溶于铵盐溶液。与氯激烈化合。

**提纯方法**<sup>(1,2)</sup> 将工业镁在特制的电炉中,于0.1mmHg的真空下,750~800℃间升华,可得到纯镁。

**用途** 用作还原剂。用于制闪光粉、铅合金、冶金中的去硫剂、有机合成。

## 参 考 文 献

- [1] Н. Г. 克留乞尼科夫著,申译文等译:《无机化学合成手册》,高等教育出版社,70,1957。  
 [2] G. Brauer著,何泽人编译:《无机制备化学手册》,上册,增订第二版,燃料化学工业出版社,555,1972。

## 锰

I-1(1)-0013

Manganese

分子式 Mn

分子量 54.9380

**理化性质** 纯品银白色,含碳时呈灰色并有光泽。质硬性脆。相对密度7.20。熔点 $1244 \pm 3^\circ\text{C}$ 。沸点1962℃。易溶于稀酸。能与卤素等多种元素直接反应。在空气中易氧化。将粉末加热

能着火。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup> 金属锰可由电解法制取。电解槽的阴极室和阳极室用刚玉、石棉或多孔瓷板制成的隔膜分开。用纯铅或铅合金作阳极，不锈钢作阴极。

将 70 g 硫酸锰 ( $\text{MnSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 和 150~210 g 硫酸铵溶解在水中配制成电解液 (按 1 L 计算)。阴极电流密度为  $2\text{A}/\text{dm}^2$ ，溶液的 pH 为 6.5~8 (为使不放出氢)。得到的锰纯度为 99.9%。

**用途** 用于锰标准液的制备及合金、锰盐制备。

## 参 考 文 献

- [1] H. Г. 克留乞尼科夫著，申泮文等译：《无机合成手册》，高等教育出版社，59，1957。  
[2] 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，87，1983。

## 汞

I-1(1)-0014

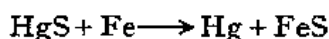
Mercury

**分子式** Hg

**分子量** 200.59

**理化性质** 银白色液态金属。相对密度  $d_4^{20}$  13.5939。熔点  $-38.87^\circ\text{C}$ 。沸点  $356.58^\circ\text{C}$ 。在常温下不被空气氧化，加热时氧化为氧化汞。易溶于硝酸、热浓硫酸。与稀硫酸、盐酸、碱不起作用。能溶解许多金属形成汞齐。

**合成方法**<sup>[1,2,3]</sup>



实验室中，在耐火瓶中蒸馏辰砂与铁粉的混合物来制取。

用漏斗毛细管或特制的过滤器通过硝酸溶液过滤，或用真空蒸馏法提纯。

**用途** 用于无机合成，有机合成。在制造物理仪器 (如气压计、温度计等)、药物、催化剂、汞齐等中使用。

**安全与贮存** 蒸气有剧毒。密封保存或贮存于水下。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，化学工业出版社，488，1958。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 304, 1974.  
[3] 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，101，1983。

## 镍

I-1(1)-0015

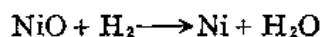
Nickel

**分子式** Ni

**分子量** 58.69

**理化性质** 银白色坚硬金属。相对密度 8.90。熔点  $1453^\circ\text{C}$ 。沸点  $2732^\circ\text{C}$ 。在热空气中表面被氧化并生成氧化镍。溶于稀硝酸和王水；缓慢溶于稀硫酸和盐酸；不溶于浓硝酸。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



取任一种镍的氧化物以氢气在加热下还原。还原反应如在  $270\sim 280^\circ\text{C}$  下进行，得到可燃性的镍粉。如在  $350\sim 400^\circ\text{C}$  或更高的温度下进行，反应时间 2~2.5 小时，得到的是十分稳定的

粉末状金属镍，适合于有机化合物的加氢用。反应温度如再增高到600~700℃，反应速度将增大，还原时间可以缩短2~3倍。

**用途** 用于电子管材料、加氢催化剂及镍盐制造。

### 参 考 文 献

- (1) И. Г. 克留乞尼科夫著，申泮文等译：《无机合成手册》，高等教育出版社，31，1957。

### 红 磷

I-1(1)-0016

Phosphorus, red

**别名** 赤磷；Amorphous phosphorus

**分子式** P

**分子量** 30.97376

**理化性质** 红色或紫红色粉末。相对密度2.34。熔点590℃(43atm)，416℃升华。易燃，加热至200℃以上着火。不溶于水和有机溶剂；溶于三溴化磷。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup> 用二氧化碳把仪器内的全部空气赶净，然后将放入白磷的容器置于油浴中，在有CO<sub>2</sub>气流存在下加热至全部熔融。熔融的磷于250~260℃温度下加热30~40小时，白磷几乎完全转变为红磷。为除去少量未起变化的白磷，可加少量二硫化碳及相对密度1.349~1.384的氯化钙溶液，致使白磷浮于表面，红磷则沉于器底而分离，得成品。

**用途** 用于半导体扩散源、有机分析中用碘氢酸进行还原反应及有机合成。

### 参 考 文 献

- (1) Ю. В. 卡尔雅金著，于忠等译：《纯化学试剂》，下册，高等教育出版社，772，1956。  
(2) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва Издательство «Химия», 370, 1974.

### 白 磷

I-1(1)-0017

Phosphorus, white

**别名** 黄磷 Phosphorus, yellow

**分子式** P

**分子量** 30.97376

**理化性质** 无色透明固体。相对密度 $d_4^{20}$ 1.80。熔点44.1℃。沸点280℃。质软。冷时性脆。暴露于空气中变暗。几乎不溶于水；微溶于乙醇及冰醋酸；易溶于乙醚、苯、脂肪油、三氯化磷、三溴化磷、液态氨、液态SO<sub>2</sub>；几乎无限溶于二硫化碳。

**提纯方法**<sup>(1,2)</sup> 将100g市售白磷（黄磷）和约500mL水装入3~4L的烧瓶中，通入二氧化碳把空气赶净。然后通入水蒸汽维持反应猛烈沸腾，并继续缓慢地通入CO<sub>2</sub>，磷即随水蒸汽蒸馏而出，随即凝固为较纯的产品。

**用途** 用于有机合成、无机合成、制药工业及染料中间体合成。

**安全与贮存** 磷的着火点很低(60℃)，勿与温热器皿接触。切割时在水下操作。有毒。贮存于棕色磨口瓶中的水下。置阴冷处。

### 参 考 文 献

- (1) G. Brauer著，何泽人编译：《无机制备化学手册》，上册，增订第二版，燃料工业出版社，312，1972。  
(2) 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，25，1983。

## 钾

I-1(1)-0018

Potassium

分子式 K

分子量 39.0983

**理化性质** 银白色蜡状金属。相对密度 $d^{20}_4$ 0.86。熔点 63.65℃。沸点 774℃。遇水剧烈作用。大块钾投入水中能起火燃烧至猛烈爆炸。在空气中氧化极速，燃烧时呈紫色火焰。

**提纯方法**<sup>[1]</sup> 用真空蒸馏法提纯。使用硼玻璃装置。扩散系统用扩散泵 (0.3 L/S)，泵与蒸馏器装置之间接捕集器。

首先抽空系统并加热 1~2 小时使其干燥。然后充以已预先脱水 (用于冰使水蒸汽凝结) 及脱氧 (用活性铜) 的氩气。将已在石油中除去表面氧化物的金属钾装入。抽空到  $10^{-5}$ ~ $10^{-6}$  托，加热蒸馏。温度调节到金属钾在连接管中一滴一滴地流入为度。

如需要更高纯度的钾，可以采用捕集法、热捕集法、真空蒸馏法、过滤法等互相配合进行提纯。

**用途** 用作还原剂。用于有机合成以及过氧化钾、热交换合金、光电管制造。

**安全与贮存** 勿与水接触，远离有机物、易燃物。于煤油、液体石蜡中密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，45，1983。

## 硫

I-1(1)-0019

Sulfur

分子式 S

分子量 32.06

**理化性质** 黄色固体。无味、无臭。有多种不同结构。结晶型硫有两种主要的同素异形体：斜方硫在 95.6℃ 以下稳定。相对密度 2.07。熔点 112.8℃。单斜硫在 95.6℃ 以上稳定。相对密度 1.96。熔点 119.3℃。熔融硫在 444.6℃ 沸腾。不溶于水；稍溶于乙醇和乙醚；溶于二硫化碳、四氯化碳和苯。

**提纯方法**<sup>[1,2]</sup>

一、用工业硫粉升华提纯。

二、在良好通风下，将 200g 硫溶解于 500 mL 二硫化碳中。过滤，滤液在水浴上进行蒸馏。将二硫化碳蒸馏出 350~380 mL 后，剩下的溶液尽可能慢慢冷却。待完全冷却后倾出结晶上面的溶液，将所得硫的结晶置滤纸上于室温干燥 1~2 日，直至二硫化碳气味消失为止。产量 170 g。

**用途** 用于有机、染料合成及医药工业。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学制备手册》，化学工业出版社，526，1958。  
[2] Ю. В. Корякин и И. И. Ангелов："Чистые химические вещества"，Москва，Издательство «Химия》，327，1974。

## 参 考 文 献

〔1〕 IO, B. 卡尔雅金著, 于忠等译: 《纯化学试剂》, 下册, 高等教育出版社, 813, 1956。

## 第二节 氧化物、过氧化物及氢氧化物

## 氧 化 铝

I-1(2)-0001

Aluminium oxide

别名 三氧化二铝; 铝氧; Alumina

分子式  $\text{Al}_2\text{O}_3$

分子量 101.96

理化性质 白色结晶性粉末。相对密度3.965。熔点  $2072^\circ\text{C}$ 。沸点  $2980^\circ\text{C}$ 。极硬, 莫氏硬度8.8。难溶于水、乙醇和乙醚, 缓慢溶于碱和浓硫酸。

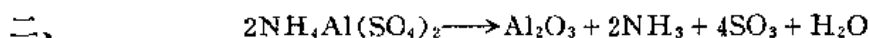
合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

一、加热使氢氧化铝脱水制取氧化铝时, 氧化铝的形态决定于所用原料的种类、颗粒大小、结晶形状、杂质、加热速度及周围气氛的影响而有所不同。

用氢氧化铝或水铝石 ( $\text{AlOOH}$ ) 在  $600^\circ\text{C}$  以下脱水得到组成以  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $0 < n < 0.6$ ) 表示的低温氧化铝, 或称  $\gamma$ -氧化铝。这种氧化铝吸附性强, 具有催化活性, 故又称活性氧化铝。若在  $900 \sim 1000^\circ\text{C}$  脱水, 则得高温氧化铝, 又称  $\delta$ -氧化铝, 几乎全是无水物。

用氯化铝蒸气和氧气或者水蒸汽在  $1000^\circ\text{C}$  以上反应时, 得到微粒状氧化铝 ( $\gamma$ -氧化铝)。

用硫酸铝、硝酸铝等盐类在  $1200 \sim 1300^\circ\text{C}$  直接热分解, 可得  $\alpha$ -氧化铝。氢氧化铝或  $\gamma$ -氧化铝在  $1100^\circ\text{C}$  以上灼烧也得  $\alpha$ -氧化铝。



将铝铵矾 (分析纯) 放在瓷皿中加热至  $100 \sim 200^\circ\text{C}$  使其脱水, 制得疏松状多孔物质。将其研成粉末后移入坩埚内, 先在  $800^\circ\text{C}$  煅烧, 再升温至  $1250 \sim 1300^\circ\text{C}$  煅烧 4 小时, 冷却, 得氧化铝。

用途 用作分析试剂、有机试剂的脱水吸附剂、催化剂、色谱试剂、光谱试剂、抛光剂。也用于低熔点玻璃配制。

安全与贮存 防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕 日本化学会编, 《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 268, 1983。

〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 27, 1974.

## 五氧化二锑

I-1(2)-0002

Antimony pentoxide

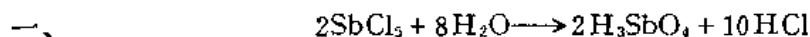
别名 氧化锑 Antimonic oxide; 锑酸 Antimonic acid; Stabic anhydride

分子式  $\text{Sb}_2\text{O}_5$

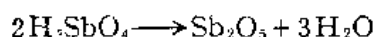
分子量 323.50

理化性质 浅黄色粉末。相对密度3.80。高于  $300^\circ\text{C}$  失去氧, 生成物并非  $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 。微溶于水, 几乎不溶于硝酸, 慢慢溶于热盐酸及热氢氧化钾溶液中。

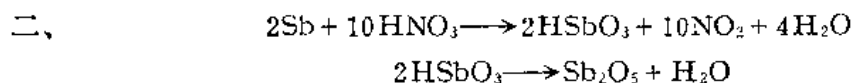
合成方法<sup>〔1〕</sup>







将五氯化锑倾入 20~25 倍量的冷水中, 静置数小时。滤出生成的沉淀, 立即用冷水洗涤。然后于 275℃ 下干燥至恒重, 得成品。



将浓硝酸加到金属锑粉中, 加热, 直到放出氮的氧化物不显著时为止。将所得粥状物蒸发至干, 继续小心加热 (不要超过 150℃) 至氮氧化物的气味消失, 冷却, 即为成品。

**用途** 用于制药工业、锑的化合物的制造。

**安全与贮存** 有毒。对大鼠腹腔注射  $\text{LD}_{50}$  4g/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 IO. B. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 678, 1964。

### 三氧化二锑

I-1(2)-0003

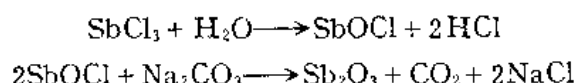
Antimony trioxide

**别名** 氧化亚锑 Antimonous oxide; 无水亚锑酸 Antimonous acid anhydrous; Stibious acid anhydrous

**分子式**  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  **分子量** 291.50

**理化性质** 无色结晶或白色粉末, 见光变为褐色。斜方晶体, 相对密度 5.67; 立方晶体, 相对密度 5.20。相变的温度为 570℃。熔点 656℃。1550℃ 升华。微溶于水和稀硫酸、稀硝酸; 溶于浓盐酸、硫酸、碱和热的酒石酸溶液。

**合成方法** <sup>〔1〕〔2〕〔3〕</sup>



将 230 g 三氯化锑溶于 200 mL 相对密度为 1.19 的盐酸与 200 mL 水的混合液中。再将 1000 g 十水合碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于 5 L 水并煮沸。然后将三氯化锑溶液慢慢注入碳酸钠的沸腾溶液中, 继续煮沸至无二氧化碳气泡产生。倾泻出溶液, 吸滤, 沉淀用热水洗涤至洗液内不含  $\text{Cl}^-$  为止。于 150℃ 烘干。产量 140 g。

**用途** 用于防火涂料、搪瓷和玻璃工业; 颜料和媒染剂。

**安全与贮存** 本品有毒。猫口服 0.45 g 即可引起呕吐。大鼠吸入  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  粉尘 (直径为 0.6  $\mu$ ) 100~125 mg/ $\text{m}^3$ , 每周接触 25 小时, 两个月死亡。避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 279, 1983。  
〔2〕 IO. B. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 84, 1964。  
〔3〕 [日] 日本化学会编:“实验化学讲座, 9, 无机化合物的合成与精制”, 丸善株式会社, 597, 1958。

### 五氧化二砷

I-1(2)-0004

Arsenic pentoxide

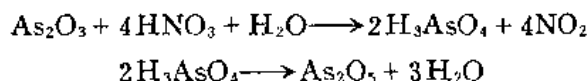
**别名** 无水砷酸; 砷酸酐 Arsenic acid anhydride; Arsenic oxide

**分子式**  $\text{As}_2\text{O}_5$  **分子量** 229.84

**理化性质** 白色无定性块状物或粉末。有潮解性。相对密度4.32。熔点315℃（分解）。溶于水和醇。慢慢与水结合生成砷酸（ $\text{H}_3\text{AsO}_4$ ）。水中溶解度：

|                             |      |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$         | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{As}_2\text{O}_3, \%$ | 37.3 | 38.3 | 39.7 | 41.6 | 42.2 | 42.9 | 43.4 |

#### 合成方法<sup>[1]</sup>



于瓷皿中加入500 mL 硝酸（相对密度1.4），加热至70~80℃，然后分次加入150 g 三氧化二砷（剧毒！在良好的通风橱内操作）。待剧烈反应终止后，将混合物置砂浴上加热至氮的氧化物完全赶净时，用多孔玻璃过滤器过滤。所得无色溶液置瓷皿中蒸发，得到固体物（砷酸和焦砷酸的混合物）。趁热取出，否则将牢固地粘结在皿壁上。将此固体物放入有硫酸的保干器中干燥。然后研成粉末并在通风设备中于280~300℃加热至恒重，得成品。产量170 g，产率97%。

**用途** 用作杀虫剂。用于砷酸盐的制备、染料和印刷工业等。

**安全与贮存** 剧毒。密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 KO. B. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，76，1964。

### 三氧化二砷

I-1(2)-0005

#### Arsenic trioxide

**别名** 亚砷酸酐 Arsenous acid anhydride；氧化亚砷 Arsenic sesquioxide；白砷 White arsenic；砷华 Arsenic flowers

**分子式**  $\text{As}_2\text{O}_3$  **分子量** 197.84

**理化性质** 白色或透明无定形硬块或结晶性粉末。相对密度3.738。约于193℃升华。当迅速加热时结晶升华而不熔融；无定形物则先熔融而后升华。为两性氧化物，溶于盐酸生成三氯化砷；溶于氢氧化钠和碳酸钠溶液则为亚砷酸盐。微溶于水；不溶于乙醇、三氯甲烷和乙醚。水中溶解度：

|                             |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$         | 0    | 25   | 48.2 | 62   | 75   | 98.5 |
| $\text{As}_2\text{O}_3, \%$ | 1.19 | 2.01 | 3.32 | 4.26 | 5.32 | 7.56 |

#### 提纯方法<sup>[1]</sup>

一、将工业三氧化二砷置于升华装置的加热炉内，加热至440~480℃，保持8小时进行升华。气体三氧化二砷通过240~260℃的降温炉，冷却后为固体，收入接受器中。

二、取150 g 三氧化二砷溶于350 ml 浓盐酸，倾入曲颈瓶中。在通风下于氯化氢气流中蒸馏。馏出物分为两层，于下层（ $\text{AsCl}_3$ ）加入等体积盐酸（相对密度1.19），并振荡洗涤除去砷。重复此项操作直至洗涤用酸中无砷为止。将洗净的三氯化砷慢慢注入1 L 沸水中，并用力搅拌，白色的三氧化二砷结晶析出。吸滤、洗涤至不含酸后干燥，得成品。

**用途** 用作基准试剂及防腐剂。用于亚砷酸的制造。

**安全与贮存** 剧毒，对人的致死量为0.06 g。密封保存。置于干燥处，远离食品添加剂、酸、碱等物质。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 54, 1974.

## 氧 化 钡

I -1(2)-0006

Barium oxide

别名 一氧化钡 Barium monoxide; Barium Protoxide

分子式 BaO

分子量 153.34

理化性质 无色晶体。相对密度5.72。熔点1918℃ (400℃分解)。沸点约2000℃。与水作用生成氢氧化钡。极易从空气中吸收水分并吸收二氧化碳成为碳酸钡。溶于稀酸、碱；不溶于丙酮、氨水。

合成方法<sup>(1,2,3)</sup>

将研细的高纯度硝酸钡 60 g 置于氧化铝或镍坩锅中。在通风条件下灼烧 30 分钟，除去水分。再于 300℃ 熔融，然后在 40~45 分钟内逐渐升温至 900℃，最后升温至 1000~1100℃，并保持 20~30 分钟，使反应完全。将坩锅放入装有氢氧化钠的干燥器中冷却，20~30 分钟后迅速用不锈钢铲将氧化钡铲入有严密盖子的瓶中。产量 30~35 g。



欲制备高纯氧化钡，则用精制的碳酸钡在高真空下进行热分解。在 950℃ 时大部分二氧化碳逸出，至 1100~1150℃ 时全部逸完，可得高纯氧化钡。

用途 用于玻璃工业、陶瓷工业、甜菜糖精炼，制造过氧化钡和钡盐。用作脱水剂和高效干燥剂。

安全与贮存 有毒。防潮，密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，266, 1983。  
 [2] (日) 日本化学会编：“实验化学讲座，9，无机化合物的合成と精制”，丸善株式会社，189, 1958。  
 [3] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，100, 1964。

## 氧 化 铍

I -1(2)-0007

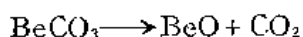
Beryllium oxide

别名 Bromellite; Glucinum oxide

分子式 BeO

分子量 25.01

理化性质 白色无定形粉末或六角形结晶。相对密度3.01。熔点 $2530 \pm 30^\circ\text{C}$ 。沸点约3900℃。不溶于水；溶于浓硫酸及熔融氢氧化钾。

合成方法<sup>(1)</sup>

氧化铍可由碳酸铍热分解制备。但市售碳酸铍含杂质较多，应先进进行提纯。

将市售碳酸铍溶于经二次蒸馏的热的冰乙酸中，趁热过滤。迅速冷却滤液，得到碱式乙酸铍沉淀。用冰乙酸重结晶三次。离心分离出结晶，放入粗玻璃管中。通入纯化的空气，同

时加热至250℃,使乙酸盐升华。将得到的纯净乙酸盐再与浓硝酸作用生成硝酸盐。将硝酸盐的酸性溶液置于铂皿中,加热蒸发,以除去过量的酸。蒸干后,加少量水溶解,再加足够量的碳酸铵溶液直至开始沉淀出的碳酸铍溶解,溶液变为透明。将溶液置于铂皿中,蒸发至全部变为碳酸铍沉淀为止。用水充分洗涤,再用刚蒸馏提纯的乙醇洗涤,经干燥后置于铂皿中,在电炉内于900℃煅烧,得到高纯度的氧化铍。

**用途** 用作分析试剂、电子工业集成电路的衬里材料及耐火材料。用于铍青铜合金制造。

**安全与贮存** 有毒。慎勿与人体接触。密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》,第一卷,化学工业出版社,264,1983。

### 三 氧 化 二 铋

I-1(2)-0008

Bismuth trioxide

**别名** 氧化铋 Bismuth oxide; Bismuthous oxide

**分子式**  $\text{Bi}_2\text{O}_3$

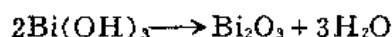
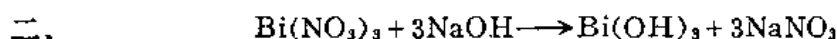
**分子量** 465.96

**理化性质** 黄色重质粉末。随着结晶结构的不同相对密度8.2~8.9。熔点825℃。沸点约为1890℃。在空气中稳定。不溶于水,溶于盐酸或硝酸。

**合成方法** <sup>〔1,2〕</sup>



取265g碱式硝酸铋置于瓷皿中,在400~500℃灼烧3~4小时至 $\text{NO}_2$ 完全除尽为止(于1~2mL二苯胺的硫酸溶液中加入0.1~0.2g样品,在1~2分钟内不应呈现蓝色)。将灼烧物冷却,应全部转变成柠檬黄色(不应微红)。产量220~230g。



将硝酸铋溶解在1mol/L  $\text{HNO}_3$ 中配成浓度为0.1mol/L的溶液。向其中滴加不含二氧化碳的1.5mol/L  $\text{NaOH}$ 溶液,在反应过程中应保持碱性。白色氧化铋水合物沉淀随即析出,加热,经短时搅拌即脱水变为黄色三氧化二铋。用不含二氧化碳的水以倾析法洗涤,干燥,即得成品。

**用途** 用于无机合成、防火纸的制造、陶器颜料配制、红玻璃配料。也适用于制造载运铀<sup>325</sup>、成铀<sup>323</sup>原子反应燃料的材料。用作消毒剂、催化剂、高纯分析试剂。

**安全与贮存** 本品属低毒类。可引起局部轻度刺激。应密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编,曹惠民等译:“无机化合物合成手册”,第一卷,281,1983。  
〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 81, 1974.

### 三 氧 化 二 硼

I-1(2)-0009

Boron trioxide

**别名** 氧化硼 Boron oxide; 硼酸酐 Boric anhydride

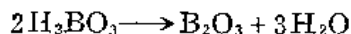
**分子式**  $\text{B}_2\text{O}_3$

**分子量** 69.62

**理化性质** 无色半透明玻璃状固体或白色粉末。有强吸湿性。相对密度 $d_4^{25}$ 1.812(无定形);2.45(结晶态)。熔点450℃。沸点约1860℃。缓慢地溶于水,溶于乙醇和甘油。水中溶解度:

|                                   |      |      |      |      |
|-----------------------------------|------|------|------|------|
| t/℃                               | 0    | 100  | 103  | 170  |
| B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , % | 1.09 | 13.2 | 17.5 | 56.0 |

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



将结晶硼酸放在有五氧化二磷的干燥舱中,在真空中于200℃脱水即得三氧化二硼。注意慢慢升温至200℃,否则物料表层烧结影响水分逸出。如取3g硼酸,约需加热1小时。硼酸用量越多,保持在200℃的时间越长。

**用途** 用作半导体掺杂源、硅酸盐分解的助熔剂。用于硅酸盐分析中测定二氧化硅和碱。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] W. Conard Fernelius; "Inorganic Syntheses", Vol. 2, 22, 1946.  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 52, 1974.

### 氧 化 镉

I-1(2)-0010

Cadmium oxide

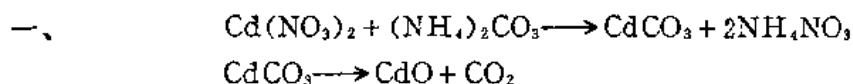
**别名** Cadmium oxide anhydride

**分子式** CdO

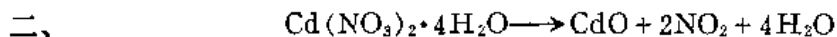
**分子量** 128.40

**理化性质** 棕红色结晶或棕黑色难熔的无定形粉末。有两种变体。立方晶体相对密度8.15;无定形物相对密度6.95。熔点高于1500℃。不溶于水和碱。溶于稀酸和铵盐溶液。在空气中吸收二氧化碳变为碳酸镉,颜色逐渐变白。

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



配制5%硝酸镉溶液,加入少量氨水,用过量的碳酸铵进行沉淀。生成的碳酸镉沉淀用大量水洗涤数次。过滤,再仔细洗涤。然后直接在过滤器上干燥。取出干燥后的碳酸镉研碎。置于铂坩埚中,在500℃加热3小时。如欲进一步提纯,可在室温下,将氧化镉放入0.01 mol/L HNO<sub>3</sub>中浸泡24小时后,过滤,洗涤,于550℃煅烧3小时,则得高纯氧化镉。



将硝酸镉[Cd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O]先在水浴上干燥,然后在砂浴上灼烧。逐渐升高温度至氮的氧化物不再逸出为止。将其研碎后再于500~600℃灼烧,即得氧化镉。

**用途** 用于镉盐制造。陶瓷颜料和电镀工业。用作催化剂。

**安全与贮存** 本品属中等毒物。小鼠口服LD<sub>50</sub>72mg/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》,第一卷,化学工业出版社,326,1983。  
 [2] Ю. В. 卡尔雅金等著,于忠等译:《无机化学试剂手册》,中国工业出版社,198,1964。

## 氧 化 钙

I-1(2)-0011

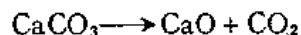
Calcium oxide

别名 生石灰 Quicklime, Burnt lime, Fluxing lime

分子式 CaO

分子量 56.08

理化性质 无色立方晶体或白色粉末。相对密度3.25~3.38。熔点2614℃。沸点2850℃。溶于水,生成氢氧化钙并放出大量热。溶于酸。露置空气中能吸收二氧化碳生成碳酸钙。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将纯碳酸钙2~3g均匀地放入石英坩埚内,置于电炉中,于970~1050℃灼烧2~3小时。将分解得到的氧化钙装入铂皿,贮存在装有碱石灰的干燥器中。

用途 用作分析试剂、荧光粉的助熔剂、光谱分析试剂。用于电子、仪表、冶金工业。

安全与贮存 防潮,密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》,第一卷,化学工业出版社,265,1983。  
 [2] Ю. В. Нарякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 150, 1974.

## 三 氧 化 二 铬

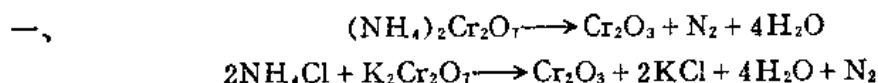
I-1(2)-0012

Chromium Sesquioxide

别名 氧化铬 Chromic oxide; 铬绿 Chrome green

分子式 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

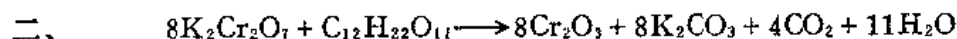
分子量 151.99

理化性质 绿色无定形粉末或有光泽的绿色六方晶系结晶。相对密度 $d_4^{25}$ 5.21。熔点2265±25℃。沸点约4000℃。不溶于水、乙醇、丙酮、酸和碱。有强氧化性。合成方法<sup>(1,2,3)</sup>

随着合成方法的不同,产品可以是无定形或结晶形。

在一浅蒸发皿中放入少量经重结晶提纯并完全干燥的重铬酸铵(或铬酸铵),加热,分解反应猛烈进行。得到绿色松散棉絮状的三氧化铬。

将等重并经粉碎的氯化铵和重铬酸钾混匀,加热到260℃以上使反应完全。反应后的混合物用水充分洗涤,即得含水氧化铬的黑绿色结晶。



取200g研细的重铬酸钾与32g糖粉仔细混匀,置于铁板上,在通风处加入数滴酒精,小心点燃,反应猛烈进行。冷却后用含有少量醋酸的水浸析,再用水洗涤直至洗液呈微黄色为止。将固体物于120℃干燥后研细,即为成品。产量100g,产率98%。

用途 用作光谱分析试剂、有机合成催化剂、陶瓷釉彩及油漆原料。用于铬合金及铬盐制造。

**安全与贮存** 本品有毒, 并有较强刺激性。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 294, 1983。  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 388, 1974。  
 [3] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. XI, Longmans, Green and Co., 176, 1956。

## 三 氧 化 铬

I-1(2)-0013

Chromium trioxide

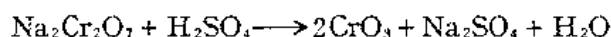
**别名** 铬酐 Chromic anhydride; 无水铬酸

**分子式**  $\text{CrO}_3$

**分子量** 99.99

**理化性质** 暗红色棱柱状结晶。相对密度 2.70。熔点  $196^\circ\text{C}$ 。在  $250^\circ\text{C}$  解离为三氧化二铬和氧。易潮解。易溶于水; 溶于乙醇、乙醚、硝酸和硫酸。有强氧化性。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在 250 mL 水中溶解 100 g 无水重铬酸钠。过滤, 在搅拌下慢慢地向滤液中加入 400 mL 浓硫酸 (注意加酸速度, 勿使反应过猛)。加热, 紫红色的三氧化铬逐渐析出。放置 24 小时后滤出结晶, 用浓硝酸反复洗涤结晶直至洗净所吸附的硫酸为止。干燥, 得成品。

也可用 25 g 重铬酸钾代替重铬酸钠。所用硫酸改为 50 mL 95% 硫酸, 按上述操作得成品。

**用途** 用作分析试剂及氧化剂。用于铬酸盐制造、电镀工业、医药工业、印刷工业、鞣革和织物媒染。

**安全与贮存** 对皮肤、粘膜有强腐蚀性。毒性极大。密闭存放。应与有机物隔离。

### 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 295, 1983。

## 三氧化二钴

I-1(2)-0014

Cobalt sesquioxide

**别名** 氧化高钴 Cobaltic oxide; 黑色氧化钴

**分子式**  $\text{Co}_2\text{O}_3$

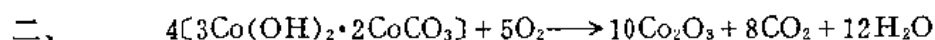
**分子量** 165.86

**理化性质** 灰黑色结晶性粉末。相对密度 5.18。熔点  $895^\circ\text{C}$  (分解)。不溶于水和醇; 溶于热盐酸和热的稀硫酸并分别放出氯和氧。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将无镍分析纯的氢氧化钴置于瓷皿中, 在电炉中于  $350\sim 370^\circ\text{C}$  灼烧 4~5 小时。可得无镍分析纯成品。

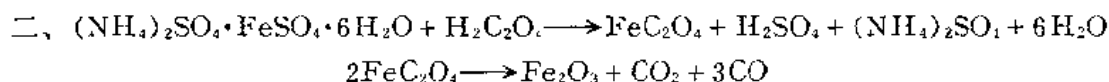


将无镍碱式碳酸钴置于瓷皿中, 在电炉中于  $350\sim 370^\circ\text{C}$  灼烧 4~5 小时, 得成品。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂、催化剂。用于制造钴盐。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

取100 g 九水合硝酸铁置于瓷坩埚中，在电炉上加热熔融，至121℃时开始沸腾并放出硝酸和二氧化氮。随后逐渐变稠，需不断搅拌。130℃时开始变成膏状物。至132℃，膏状物松散成粉末并继续逸出硝酸和二氧化氮。继续加热至完全干燥。然后研细放入高温炉中于600~700℃再灼烧8~10小时，得产品19 g，产率98.5%。



取150 g 莫尔盐 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于200 mL水中，加热。向此溶液中加入80~90 mL 热草酸饱和溶液，吸滤析出的草酸亚铁沉淀，用热水洗涤至无 $\text{SO}_4^{2-}$ 。于110℃干燥后分次置于瓷皿中在400~500℃灼烧。可得三氧化二铁30 g，产率将近100%。

用途 用作分析试剂、催化剂、抛光剂。用于颜料配制。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，173，1964。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 101, 1974.

## 四氧化三铁

I-1(2)-0017

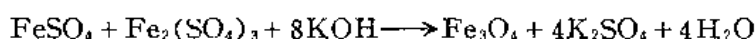
Ferrosoferric oxide

别名 黑色氧化铁 Black iron oxide; 磁性氧化铁 Iron oxide magnetic

分子式  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

分子量 231.54

理化性质 黑色六方体或无定形粉末。相对密度 5.18。熔点  $1594 \pm 5^\circ\text{C}$ 。在空气中加热变成三氧化二铁。不溶于水、乙醇和乙醚；溶于酸。

合成方法<sup>[1]</sup>

将25 g 七水合硫酸亚铁 $(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$ 和25 g 九水合硫酸高铁 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 溶于500 mL水中，然后将其倾入11.5%的沸腾氢氧化钾溶液内，随即有四氧化三铁沉淀析出。用倾析法迅速洗涤沉淀，吸滤并压干。然后置于无水氯化钙或浓硫酸上方在氢气氛中干燥。所得产品的组成符合于二水合物 $(\text{Fe}_3\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ 。

用途 用作分析试剂。用于制药工业、颜料配制、电子工业。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 100, 1974.

## 氧 化 镓

I-1(2)-0018

Gallium oxide

别名 三氧化二镓 Gallium sesquioxide

分子式  $\text{Ga}_2\text{O}_3$

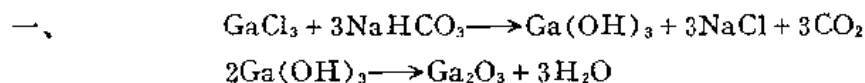
分子量 187.44

理化性质 白色三角形结晶颗粒。有两种异构体： $\alpha$ 型属于六方晶系，在低温时稳定。相

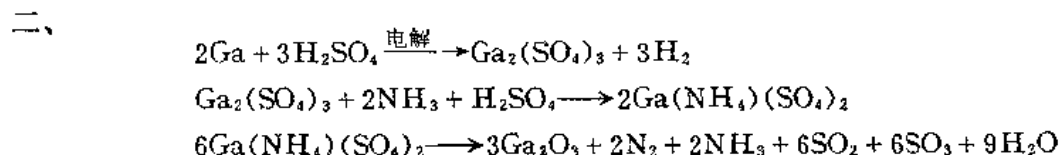


对密度 6.44。β 型属于单斜晶系。相对密度 5.88。在 600℃ 时 α 型转变为 β 型。熔点 1795 ± 15℃。不溶于水；溶于碱溶液；微溶于热酸。

#### 合成方法<sup>〔1〕</sup>



将三氯化镓溶于热水中，加入碳酸氢钠的高浓度热溶液，煮沸至镓盐全部生成氢氧化物沉淀为止。用热水洗涤沉淀，直至不含 Cl<sup>-</sup>，然后在高于 600℃ 灼烧，得到 β 型氧化镓。



将高纯金属镓作为阳极进行电解，使镓溶于 5~20% 硫酸，得硫酸镓溶液。过滤，在滤液中加入氨水，加热浓缩，冷却后得硫酸镓铵结晶。用水反复重结晶。于 105℃ 干燥。在有过量氧存在下再于 800℃ 灼烧两小时。得到纯度为 99.99~99.9999% 的产品。

**用途** 用作高纯分析试剂。用于半导体材料制备。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，270，1983。

## 二 氧 化 锗

I-1(2)-0019

Germanium dioxide

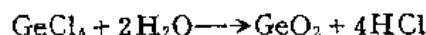
**别名** 氧化锗 Germanium oxide

**分子式** GeO<sub>2</sub>

**分子量** 104.59

**理化性质** 无色结晶。有两种异构体：在低温下为稳定的六方晶系结晶。相对密度  $d^{25}_4$  4.225。熔点 1115 ± 4℃。在 1033℃ 转变为正方晶系。正方晶系结晶，相对密度 6.239。熔点 1086 ± 5℃。不溶于水；溶于酸或碱的溶液。

#### 合成方法<sup>〔1〕</sup>



将四氯化锗放在烧瓶中，加入 6.5 倍体积水，摇匀，放置一昼夜。生成的二氧化锗沉淀，用冷水洗涤至洗涤液不含 Cl<sup>-</sup> 为止。于 200℃ 干燥，得成品。

**用途** 用作分析试剂，如光谱分析。半导体材料。

**安全与贮存** 有毒。对大鼠腹腔注射 LD<sub>50</sub> 750 mg/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，256，1983。

## 氧 化 铟

I-1(2)-0020

Indium oxide

**别名** 三氧化二铟 Indium sesquioxide; Indium trioxide

**分子式** In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

**分子量** 277.64

## 二 氧 化 铅

I-1(2)-0024

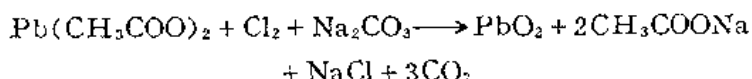
Lead dioxide

别名 过氧化铅 Lead peroxide; 棕色氧化铅 Lead oxide brown

分子式  $\text{PbO}_2$ 

分子量 239.19

理化性质 深褐色粉末或结晶性粉末。相对密度9.375。不溶于水、醇; 溶于冰醋酸。加热至290℃以上开始分解出 $\text{O}_2$ , 280℃分解为四氧化三铅, 420℃形成一氧化铅。本品为强氧化剂。

合成方法<sup>(1)</sup>

将100g醋酸铅( $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , 分析纯)溶于300mL水中, 向此溶液加入30g无水碳酸钠用水配制成的浓溶液, 并通入氯气的强气流, 直到呈现深棕色为止。将混合物在水浴上加热1.5小时, 然后倾入烧杯中, 静置。用倾析法倾出清液, 将沉淀与24~25%  $\text{HNO}_3$  共同加热, 以除去碳酸铅杂质。用倾析法洗涤沉淀数次, 吸滤。再用水洗涤沉淀至去净 $\text{Cl}^-$ 为止(洗涤液用硝酸酸化后, 加入硝酸银不应呈现浑浊)。于100℃干燥, 得二氧化铅57~60g, 产率90~95%。

用途 用作分析试剂、氧化剂。用于电池和制药工业。

安全与贮存 有毒。本品为强氧化剂。与有机物接触或摩擦可能引起燃烧或爆炸。于阴凉处避光密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 320, 1974.

## 氧 化 镁

I-1(2)-0025

Magnesium oxide

别名 苦土; Magnesia; 煅苦土 Magnesia usta; Calcined magnesia

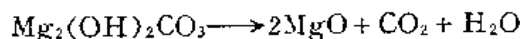
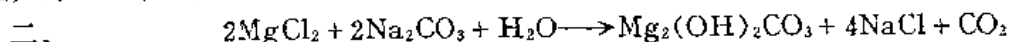
分子式  $\text{MgO}$ 

分子量 40.30

理化性质 白色细微粉末。相对密度 $d^{25}_4$ 3.58。熔点2852℃。沸点3600℃。由合成条件不同可得蓬松的轻质氧化镁或致密的重质氧化镁。在空气中能逐渐吸收水分和二氧化碳生成碱式碳酸镁。此现象对轻质氧化镁更为明显。不溶于水和乙醇; 溶于酸和铵盐溶液。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将氢氧化镁放在瓷盘内, 尽可能摊成薄层, 置于石英加热管中央, 用电炉加热至850℃以上, 约2~3小时, 可得氧化镁。



将150g氯化镁( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶于300mL水中, 加1g氧化镁。在搅拌下, 加热至70~

75℃, 约1~2小时。放置、过滤, 将滤液加热至80~85℃。另取250g 碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于700mL水, 以细流加到上述热滤液中, 直至溶液呈碱性。加热30分钟, 倾出溶液。在碱式碳酸镁的沉淀中加400mL热水, 搅拌10分钟。再次倾出溶液。抽滤后将沉淀转移至原来的容器中, 每次用200mL热水洗涤, 于110~120℃干燥。干燥过程中应搅拌。所得碱式碳酸镁约100~110g。将其置于粘土坩埚中, 于660~750℃约烧4~5小时, 冷却, 粉碎为粉末状, 再用300mL水倾析洗涤2~3次。抽滤, 用100mL水洗涤, 于120~150℃干燥4小时, 得氧化镁25~26g。

**用途** 用作光谱分析试剂、助熔剂。用于制药、橡胶和油脂工业。

**安全与贮存** 防潮, 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译: 《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 264, 1983。
- [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва Издательство «Химия», 218, 1974.

## 二 氧 化 锰

I-1(2)-0026

Manganese dioxide

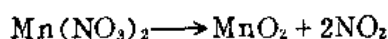
**别名** Manganese binoxide; Black manganese oxide; Manganese superoxide

**分子式**  $\text{MnO}_2$

**分子量** 86.94

**理化性质** 黑色或棕色结晶或无定形粉末。相对密度5.026。熔点535℃(脱氧)。不溶于水、硝酸、丙酮; 能溶于盐酸。有强氧化性, 与有机物或硫及硫化物, 磷及磷化物等摩擦或共热, 能引起燃烧或爆炸。

**合成方法** <sup>(1,2,3)</sup>



将六水合硝酸锰置于瓷皿中, 在通风橱中加热, 先较快地升到100℃, 再逐渐升到160℃, 得到黑色粉状物质。冷却后用相对密度为1.34的硝酸调成粥状, 再加热至160℃。冷却后用玻璃砂芯漏斗吸滤, 用相对密度为1.52的硝酸洗涤两次。重复操作两次。吸滤, 用硝酸洗涤3~4次, 于150℃干燥, 得成品。

**用途** 用作分析试剂。用于玻璃、陶瓷和搪瓷工业及干电池制备等。

**安全与贮存** 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 301, 1983。
- [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 225, 1974.
- [3] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II band, 2 umgearbeitete auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1274, 1962.

## 红 色 氧 化 汞

I-1(2)-0027

Mercuric oxide, red

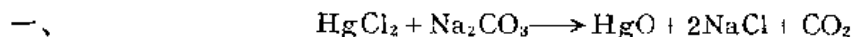
**别名** 三仙丹; 红降汞

**分子式**  $\text{HgO}$

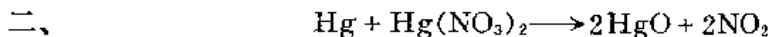
**分子量** 216.59

**理化性质** 亮红色或橙红色重质结晶性粉末。相对密度 $d_4^{20} 11.10$ 。加热到 $500^{\circ}\text{C}$ 或曝露在光线下分解为汞和氧。不溶于水和乙醇；溶于稀酸、氰化钾和碘化钾溶液。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>



用5%氯化钠水溶液作溶剂，配制约20%的氯化汞溶液。将 $0.1 \sim 0.3 \text{ mol/L}$ 的 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液加热并保持在 $80 \sim 120^{\circ}\text{C}$ ，然后缓慢加到氯化汞溶液中。生成的沉液用倾析法洗涤几次，吸滤，再洗涤至不含 $\text{Cl}^-$ 为止。沉淀置于暗处自然干燥，得成品。



将100g硝酸汞 $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 置于乳钵中，与50g金属汞共同研磨，然后将混合物移入直径15cm的瓷皿中，置砂浴上加热至 $300^{\circ}\text{C}$ （必须在良好通风设备中进行）。混合物的颜色随氧化氮的排除而改变，由黄到棕最后呈深紫色，冷却后变为浅橙黄色。产物在 $350^{\circ}\text{C}$ （切勿超过）灼烧20分钟即得红色氧化汞。

**用途** 用于制药工业。用作防腐剂。

**安全与贮存** 有毒。避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编，曹惠民译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，328，1983。  
〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 311, 1974.

### 黄 色 氧 化 汞

I-1(2)-0028

Mercuric oxide, yellow

**别名** 黄降汞

**分子式**  $\text{HgO}$

**分子量** 216.61

**理化性质** 黄色或橙黄色重质粉末。相对密度11.14。加热时颜色变红，冷却后又恢复为原来的颜色。见光慢慢变为暗黑色。几乎不溶于水及乙醇；能溶于硝酸及盐酸。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup> 将100g氯化汞溶于1.6L水中，在搅拌下加入含有氢氧化钠50g的300ml溶液。以上两种溶液均应冷至 $30^{\circ}\text{C}$ 以下方可获得较细的黄色沉淀。由热溶液制得的产品略带红色。将反应物于温热处静置半小时，以倾析法洗涤沉淀至无 $\text{Cl}^-$ 为止。吸滤，置暗处于 $45 \sim 50^{\circ}\text{C}$ 干燥。产量76g。产率96%。

**用途** 用作分析试剂，如锌和氰酸等的测定，也用作防腐剂。

**安全与贮存** 有毒。避光密闭保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 311, 1974.  
〔2〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，327，1983。

### 三 氧 化 钼

I-1(2)-0029

Molybdenum trioxide

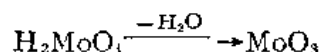
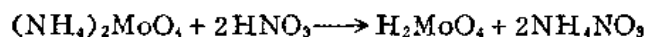
**别名** 钼酐 Molybdic anhydride; 无水钼酸 Molybdic acid anhydride

**分子式**  $\text{MoO}_3$

**分子量** 143.94

**理化性质** 白色或微黄色结晶性粉末。相对密度 $d^{25}_4$ 4.692。熔点795℃。受热变黄。在1155℃下升华。难溶于水，溶于浓硫酸、碱及氨水。强烈灼烧后溶于酸。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



在热浓硝酸中加入纯钼酸铵热溶液，沉出钼酸。静置数小时后，用布氏漏斗过滤。洗涤沉淀。在150℃以上干燥16~20小时，脱水生成三氧化钼。再放入石英管中于780℃升华提纯。

**用途** 用作分析试剂，酚类和醇类还原剂。用于钼盐、钼合金制造。

**安全与贮存** 本品属低毒类，大鼠口服LD<sub>50</sub>125mg/kg。应密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", I Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1233, 1962.

### 氧 化 镍

I-1(2)-0030

Nickelous oxide

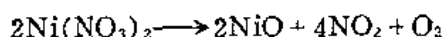
**别名** 一氧化镍 Nickel monoxide; 氧化亚镍

**分子式** NiO

**分子量** 74.71

**理化性质** 绿色粉末，加热时逐渐变黄。相对密度6.67。熔点1984℃。不溶于水，溶于酸及氨水。

**合成方法**<sup>(1)(2)</sup>



将六水合硝酸镍在蒸发皿中进行干燥后转移到坩埚中，于200~300℃焙烧。将所得的氧化物再置于高铝坩埚中，加盖，于1000~1100℃焙烧2~3小时得绿色氧化镍。

**用途** 用作电子元件材料、催化剂、搪瓷涂料及蓄电池材料。用于镍盐制备。

### 参 考 文 献

- [1] H. Γ. 克留乞尼科夫著，申泮文等译：《无机合成手册》，高等教育出版社，116，1957。  
[2] 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，316，1983。

### 三 氧 化 二 镍

I-1(2)-0031

Nickel sesquioxide

**别名** 氧化高镍 Nickelic oxide; 黑色氧化镍

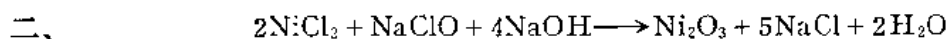
**分子式** Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

**理化性质** 灰黑色粉末。约在600℃分解成一氧化镍和氧。不溶于水，溶于热硫酸或硝酸并放出氧；溶于热盐酸时放出氯气。

**合成方法**<sup>(1)(2)</sup>



将硝酸镍置于瓷皿或坩埚中, 进行干燥以除去大部分的水分后, 在250℃焙烧至恒重得成品。



取300g氯化镍( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶于水, 过滤后向其中加入30%氢氧化钠溶液200mL。在搅拌下再逐渐加入500~600mL次氯酸钠溶液, 即有三氧化镍沉淀析出。过滤, 用热水洗涤至无 $\text{Cl}^-$ 为止。于100℃干燥后, 再用热水(5~6L)洗涤。然后于130℃干燥, 得成品。产量100g, 产率90%。

用途 用作电子元件材料、蓄电池材料。用于还原性镍制取。

### 参 考 文 献

- [1] Н. Г. Клементовский, 申泮文等译: 《无机合成手册》, 高等教育出版社, 116, 1957。  
[2] Ю. В. Карякин и Н. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 290, 1974.

### 四 氧 化 锇

I-1(2)-0032

Osmium tetroxide

别名 氧化锇

分子式  $\text{OsO}_4$

分子量 254.20

理化性质 白色或微黄色结晶。相对密度 $d^{22}_4$ 4.906。熔点41.0℃。沸点130℃。微溶于水; 溶于四氯化碳、乙醇、乙醚及氨水中。有强氧化作用。水中溶解度:

|                    |      |      |      |
|--------------------|------|------|------|
| t, °C              | 0    | 15   | 25   |
| $\text{OsO}_4$ , % | 5.00 | 5.70 | 6.66 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>



将金属锇粉末或锇的化合物放入石英管内, 在氧气流中, 开始加热至约300℃, 最后加热至800℃左右。用两个硬质玻璃槽收集, 后一个槽放在冰水中冷却, 得四氧化锇。

用途 用作催化剂、氧化剂。

安全与贮存 四氯化锇蒸气极毒。能伤害眼、呼吸道和皮肤。勿与人体接触。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译: 《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 319, 1983。  
[2] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart, 1395, 1962.

### 氧 化 铂

I-1(2)-0033

Platinic oxide

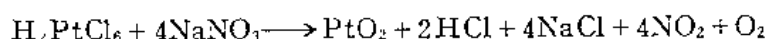
别名 二氧化铂 Platinum dioxide

分子式  $\text{PtO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

分子量 245.10

理化性质 黑色粉末。熔点450℃(无水)。不溶于水; 溶于浓酸。加热时溶于氢氧化钾稀溶液。

合成方法<sup>[1,2]</sup>



在50ml烧杯中放入9g硝酸钠,再加入10mL10%的氯铂酸溶液( $\text{H}_2\text{PtCl}_6$ )。蒸发至干,同时不断搅拌避免混合物局部熔融。另在400mL蒸发皿中将100g硝酸钠加热至520℃(用热电偶控制温度)。然后将蒸发残渣一次加入到硝酸钠中,并停止加热。此时即生成棕黑色氧化铂。冷却凝固时,转动瓷皿使物体分散均匀。然后加入2L水,溶解其中所含杂质,用倾析法多次洗涤沉淀,最后抽干,置于真空干燥器中用氯化钙干燥,得氧化铂。

**用途** 用作光谱分析试剂与加氢催化剂。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer, "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1370, 1962.
- [2] 日本化学会编, 曹惠民等译, 《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 320, 1983.

## 五 氧 化 二 磷

I-1(2)-0034

Phosphorous pentoxide

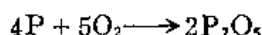
**别名** 磷(酸)酐; 无水磷酸 Phosphoric anhydride

**分子式**  $\text{P}_2\text{O}_5$

**分子量** 141.94

**理化性质** 白色无定形粉末。极易吸潮。相对密度2.39。熔点569℃。于300℃升华。溶于水放出大量热并生成磷酸; 溶于硫酸; 不溶于丙酮和氨水。

**合成方法** <sup>(1,2,3)</sup>



在良好的通风条件下,于干燥空气中燃烧黄磷制取五氧化二磷。制备装置为衬锡的马口铁圆管,其直径为350mm,高500mm。管的中部装有燃烧磷用的铜勺。管的下部接一马口铁制的宽口漏斗,其上口直径为357mm,下口紧密连接一广口瓶。加热铜勺,并放入干燥黄磷,通入干燥空气,使黄磷燃烧,生成的五氧化二磷在管的内壁上冷却。反应结束后,轻轻敲动管壁,则白色粉末状五氧化二磷落在广口瓶中。

欲制备较纯的五氧化二磷,可将上述五氧化二磷经升华提纯。

**用途** 用作半导体掺杂剂、脱水干燥剂。用于制备高纯度磷酸、有机合成缩合剂、表面活性剂及制药工业。

**安全与贮存** 腐蚀皮肤和粘膜,勿与人体接触。防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю.В.卡尔雅金等著,于忠等译:《无机化学制备手册》,中国工业出版社,89,1964.
- [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 63, 1974.
- [3] 日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》,第一卷,化学工业出版社,247,1983.

## 三 氧 化 二 磷

I-1(2)-0035

Phosphorus trioxide

**别名** 亚磷酐 Phosphorus anhydride

**分子式**  $\text{P}_2\text{O}_3$

**分子量** 109.95

**理化性质** 白色单斜结晶。相对密度2.135。熔点23.8℃。沸点(在氮气中)173.8℃。温度

红色氯铑酸钠 ( $\text{Na}_2\text{RhCl}_6$ ) 溶液。向此溶液中小心滴加氢氧化钠溶液, 生成黄褐色氢氧化铑  $[\text{Rh}(\text{OH})_3]$  沉淀。过滤, 将沉淀于  $1000^\circ\text{C}$  左右煅烧 1~2 小时直至恒重, 得成品。

用途 用于铑盐制造。催化剂制备。电镀探照灯反射镜、表壳、工艺品、徽章等的制造。

安全与贮存 属于低毒类。密封保存。

### 参 考 文 献

(1) 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 319, 1983。

## 二 氧 化 钌

I-1(2)-0037

Ruthenium dioxide

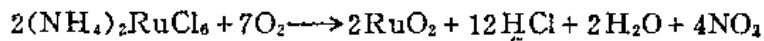
别名 氧化钌 Ruthenic oxide

分子式  $\text{RuO}_2$

分子量 133.07

理化性质 深蓝色结晶。相对密度 6.97。加热至  $1400^\circ\text{C}$  以上分解。不溶于水和酸; 溶于熔融碱并生成钌酸盐。

合成方法 (1)



将六氯合钌 (IV) 酸铵置于氧气流中, 在  $540^\circ\text{C}$  以下加热, 可得氧化钌。

用途 用于钌盐和催化剂制备。

### 参 考 文 献

(1) 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 318, 1983。

## 三 氧 化 二 钪

I-1(2)-0038

Scandium sesquioxide

别名 氧化钪 Scandium oxide; 钪氧

分子式  $\text{Sc}_2\text{O}_3$

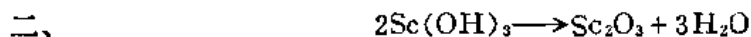
分子量 137.91

理化性质 白色粉末。相对密度 3.864。不溶于水; 溶于热酸或浓酸。

合成方法 (1)



将钪盐溶液用氨水调 pH 至 2, 加入饱和草酸或草酸铵溶液, 沉出草酸钪。置水浴上加热陈化, 过滤。沉淀于  $110^\circ\text{C}$  干燥, 在空气中于  $900\sim 1000^\circ\text{C}$  灼烧至恒重, 得氧化钪。



将氢氧化钪在  $900^\circ\text{C}$  灼烧, 可得氧化钪。

用途 用于钪盐及催化剂制备。

安全与贮存 密封保存。

### 参 考 文 献

(1) 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》第一卷, 化学工业出版社, 282, 1983。



## 二 氧 化 硒

I-1(2)-0039

Selenium dioxide

别名 氧化硒 Selenium oxide; 亚硒酐 Selenious acid anhydride

分子式  $\text{SeO}_2$ 

分子量 110.96

理化性质 白色或浅黄色结晶。有吸潮性及刺激性酸味。相对密度  $d_4^{25}$  3.95。熔点  $315 \sim 317^\circ\text{C}$ ，于  $340 \sim 350^\circ\text{C}$  升华。溶于水、乙醇、丙酮、乙酸和苯。易被还原成硒。水中溶解度：

|                     |       |       |       |       |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 7     | 22    | 42    | 65    |
| $\text{SeO}_2, \%$  | 68.32 | 75.52 | 77.50 | 82.50 |

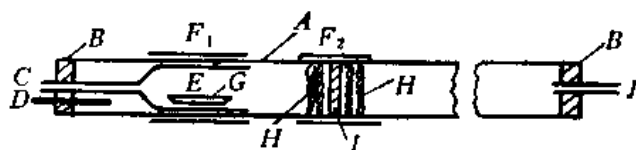
合成方法<sup>(1)</sup>

图 1(2)-2 制取二氧化硒的装置

仪器装置如图1(2)-2。A为直径50mm，长1200mm的硬质玻璃管，B为橡皮塞，C、D分别为氧气和空气的入口，E为燃烧室，H为硬质玻璃棉，I为铂石棉，J为气体出口。F<sub>1</sub>、F<sub>2</sub>为加热部分。

称25g 硒装入燃烧舟G内，从C慢慢通入氧气，同时将F<sub>2</sub>加热至500℃并保持30分钟，接着加热F<sub>1</sub>。硒在220℃熔融，在约500℃时开始燃烧。燃烧舟部分保持在500℃，调节氧气流量使燃烧完全。同时由空气导管送入少量净化的空气以防止倒流。在玻璃套管尾端，即铂石棉后部，析出纯白色的二氧化硒，一小时燃烧完毕，通氧气和空气冷却至室温。产率约90%。

用途 分析中用作沉淀锆、铪和生物碱的灵敏试剂。也用作氧化剂、催化剂与高纯硒原料。用于硒化物制备。

安全与贮存 硒化物对皮肤和粘膜有强烈刺激性，吸入人体内可损害肝脏、呼吸困难、肺炎、肺水肿。防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

(1) 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，240，1983。

## 氧 化 银

I-1(2)-0040

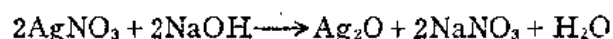
Silver oxide

别名 Argentous oxide

分子式  $\text{Ag}_2\text{O}$ 

分子量 231.74

理化性质 棕色粉末。在60~80℃干燥后几乎为黑色。相对密度  $d_4^{18}$  7.143。于230℃分解。遇光和炽热则分解为银和氧。微溶于水呈碱性反应。溶于酸、氰化钾溶液和氨水。在碱性下，甲醛溶液可将氧化银还原为金属银。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将500 g 硝酸银制成相对密度为1.1 (约10%) 的溶液, 另取125 g 氢氧化钠配成10% 的溶液, 将其加入到硝酸银溶液中, 析出氧化银沉淀。用不含二氧化碳的水以倾析法洗涤沉淀, 抽滤。将沉淀转移到安有两支导管的烧瓶中。一支导管与抽气泵连接, 另一支导管插到氧化银的表面, 并通入不含二氧化碳的干燥空气。将烧瓶置于水浴上加热至85~88℃, 开动抽气泵, 干燥三天 (严防二氧化碳侵入) 得成品。产量340 g, 产率约100%。

**用途** 用作分析试剂、催化剂、防腐剂、电子器件材料。用于有机合成。

**安全与贮存** 与可燃性有机物或易氧化物摩擦能引起燃烧。避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 323, 1983。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 236, 1974.

### 氧 化 高 锡

I-1(2)-0041

Stannic oxide

**别名** 二氧化锡 Tin dioxide; 氧化锡; 锡灰

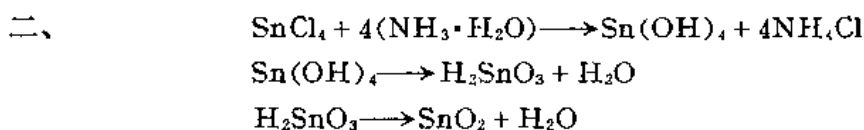
**分子式**  $\text{SnO}_2$

**分子量** 150.69

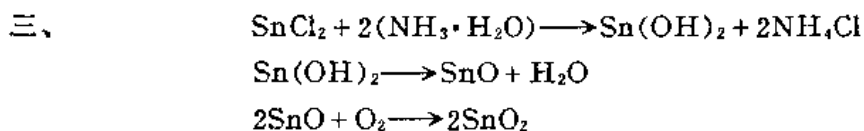
**理化性质** 白色或微灰色粉末。相对密度6.95。熔点1630℃。1800~1900℃升华。不溶于水、酸及乙醇中; 慢慢溶于热的氢氧化钾 (或钠) 溶液中。与碱共熔则生成锡酸盐。

**合成方法** [1, 2, 3]

一、于500~600℃下灼烧偏锡酸 ( $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 即得。



将无水氯化高锡放于蒸馏烧瓶中进行蒸馏, 弃去110℃以下蒸出的馏分 (约5~10%), 取中段约占总量75%的馏分。加氨水至微碱性, 再加入大量水并不断搅拌。静置澄清, 倾出清液, 沉淀用倾析法洗至无氯根。放入蒸发锅中蒸干, 然后移入瓷皿中, 放在马弗炉中于850℃灼烧, 冷后取出即为成品。



将50g 二水合氯化亚锡于80mL 水与15mL 浓盐酸 (相对密度1.19) 的混合溶液中, 过滤。滤液加入氨水 (相对密度0.91) 约75mL 至微碱性。抽滤出氢氧化亚锡沉淀, 用150mL 水分三次洗涤。然后移至瓷皿中在50~60℃干燥5小时, 并不时搅拌。再在马弗炉中于800~900℃灼烧5~6小时, 得产品62~63g, 产率93%。

**用途** 用于锡盐制造、涂料配制及玻璃、搪瓷、电子等工业。用作催化剂及媒染剂。

**安全与贮存** 属低毒类。长期吸入可导致锡肺。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин著, 于忠等译:《纯化学试剂》, 下册, 高等教育出版社, 597, 1956。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издатель-

СТВО «ХИМИЯ», 296, 1974.

〔3〕 陈鸿彬著,《高纯试剂提纯与制备》,上海科学技术出版社,259,1981。

## 氧 化 亚 锡

I-1(2)-0042

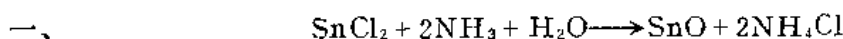
Stannous oxide

别名 一氧化锡 Tin monoxide

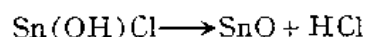
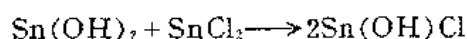
分子式  $\text{SnO}$ 

分子量 134.69

理化性质 棕黑色粉末。因制法不同颜色各异,有暗绿色、紫色或红色等。相对密度  $d_4^{20} 6.446$ 。在  $1080^\circ\text{C}$  分解。在空气中稳定。于空气中加热转化为氧化锡。溶于酸和浓碱溶液;不溶于水和乙醇。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

加过量氨水于氯化亚锡中,于水浴上加热数日。将所得黑色结晶于  $100^\circ\text{C}$  干燥,在二氧化碳气流中加热至  $400^\circ\text{C}$  直到不再放出氨气和水为止。产物近于黑色粉末。



将氨水慢慢加入到氯化亚锡溶液中,即析出白色氢氧化锡沉淀,用水以倾析法洗涤多次。将悬浮溶液加热至沸腾,慢慢加入二水合氯化亚锡,沉淀立即变为粉红色,再煮沸几分钟后,得到绿色或紫色的氧化亚锡结晶。在氢氧化亚锡沉淀中加入氯化亚锡的目的在于形成易分解的碱式氯化锡  $[\text{Sn}(\text{OH})\text{Cl}]$ 。反应中生成的游离盐酸也可以和氢氧化锡作用生成碱式氯化锡。



称取 60g 氯化亚锡 ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 和 74.1g 碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), 放于瓷坩埚中, 加热熔融。冷后用水洗熔融物以除去氯化钠。抽滤, 然后先后用乙醇和乙醚洗, 除去附着的水分即得到黑色的粉末状的氧化亚锡。

用途 用作还原剂。用于亚锡盐制备、电镀和玻璃工业。

安全与贮存 属低毒类。长期吸入可引起锡肺。密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕 Ю. В. 卡尔雅金著, 于忠等译:《纯化学试剂》, 下册, 高等教育出版社, 598, 1956。

〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелы: «Чистые химические вещества», Москва, Издательство «Химия», 296, 1974.

## 五 氧 化 二 钽

I-1(2)-0043

Tantalum pentoxide

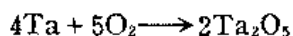
别名 钽酐

分子式  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 

分子量 441.89

理化性质 白色粉末。化学性质十分稳定。相对密度 8.2。熔点  $1872 \pm 10^\circ\text{C}$ 。不溶于水, 除氢氟酸外, 不溶于任何酸; 溶于熔融硫酸钾。

合成方法<sup>〔1〕</sup>



将钽片或钽丝，在氧气流中灼烧可制得纯五氧化二钽。

将钽酸加热脱水，可得五氧化二钽。

将浓硫酸加到七氟合钽酸钾中灼烧分解。灼烧后残留物用水抽提，留下的沉淀为五氧化二钽。

**用途** 用于制备钽化合物。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，255，1983。

## 二 氧 化 碲

I-1(2)-0044

Tellurium dioxide

**分子式**  $\text{TeO}_2$

**分子量** 159.60

**理化性质** 白色结晶性粉末，加热后变黄。在350℃以下，为正方晶系结晶。相对密度 $d^{15}_4$ 5.67。熔点733℃，在此温度下可转变为斜方晶系结晶。相对密度 $d^{25}_4$ 5.91。沸点1245℃。不溶于水；溶于盐酸、热硝酸和碱溶液。为两性氧化物。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



取粉碎至60目以下的碲粉20g，置于烧杯中，加200mL水。在不断搅拌下，缓缓加入95mL相对密度为1.42浓硝酸，反应10~15分钟，抽滤去不溶物，滤液移入600mL烧杯中，加入65mL浓硝酸，煮沸至不再产生二氧化氮为止。过滤，滤液置水浴上浓缩至100mL左右。冷却，抽滤得到碱式硝酸盐，水洗，于空气中干燥后，放在带柄瓷皿中，罩以大烧杯。于400~430℃砂浴上或电热板上加热2小时。冷却可得二氧化碲。产率84%。

**用途** 用作电子元件材料及防腐剂。用于菌苗中细菌检验和亚硝酸盐制备。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，241，1983。

## 三 氧 化 二 铊

I-1(2)-0045

Thallium sesquioxide

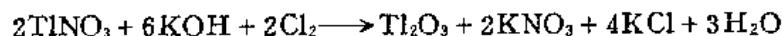
**别名** 氧化铊 Thallic oxide; Thallium trioxide

**分子式**  $\text{Tl}_2\text{O}_3$

**分子量** 456.74

**理化性质** 棕色或暗红色粉末。相对密度 $d^{21}_4$ 9.65。熔点 $717 \pm 5^\circ\text{C}$ 。于875℃脱去1分子氧。不溶于水和碱；溶于盐酸时分解放出氯气，溶于硫酸则分解放出氧气。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将30g硝酸亚铊溶于1L水中。慢慢加入不含碳酸盐的稀氢氧化钾溶液。用冰冷却后通

入氯气,至饱和。待水合氧化物( $\text{Th}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ )沉淀生成后。以倾析法共用40L水洗涤数次。过滤,沉淀用水洗至洗涤液中不含 $\text{Cl}^-$ 为止。将棕色水合氧化物置于浓硫酸干燥器中干燥,再于10mmHg,90℃以下,加热脱水。得成品。

**用途** 用作分析试剂。用于催化剂制备。

**安全与贮存** 剧毒。大鼠腹腔注射 $\text{LD}_{50}$ 72mg/kg。成人最小致死量约12mg/kg。能通过呼吸道或皮肤吸收。早期中毒,损害神经系统以及胃肠道和肾。密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》,第一卷,化学工业出版社,273,1983。

## 二 氧 化 钍

I-1(2)-0046

Thorium dioxide

**别名** 氧化钍 Thorium oxide; 钍氧 Thoria

**分子式**  $\text{ThO}_2$

**分子量** 264.04

**理化性质** 白色粉末或棕色结晶。相对密度9.86。熔点 $3220 \pm 50^\circ\text{C}$ 。沸点 $4400^\circ\text{C}$ 。不溶于水、稀酸和碱溶液;溶于热浓硫酸。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将四水合硝酸钍置于瓷皿或铂皿中。先加热至 $300 \sim 400^\circ\text{C}$ ,使其脱水崩解。然后升温至 $800 \sim 850^\circ\text{C}$ ,灼烧1~2小时,使硝酸盐全部分解后,粉碎过筛,得粉状氧化钍。产率100%。

**用途** 用于钍化合物制备。

**安全与贮存** 有放射性。密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座,8,无机化合物之合成(II)”,丸善株式会社,723,1977。

## 二 氧 化 钛

I-1(2)-0047

Titanium dioxide

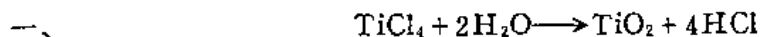
**别名** 氧化钛 Titanic oxide; 钛酐 Titanic anhydride; 钛白 Titanium white; Titania; Unitane

**分子式**  $\text{TiO}_2$

**分子量** 79.90

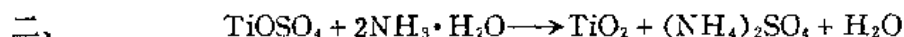
**理化性质** 白色无定形粉末。高温下变成棕色。熔点 $1855^\circ\text{C}$ 。不溶于水、盐酸、硝酸、稀硫酸。溶于热浓硫酸及氢氟酸。与硫酸氢钾、苛性碱以及碱金属碳酸盐共熔生成碱金属钛酸盐。

**合成方法**<sup>〔1,2〕</sup>



将四氯化钛(预先经数次蒸馏提纯)加入到装有纯水的硬质玻璃容器中进行水解反应,外面用冰冷却。再加入适量氨水促进剩余的钛盐充分水解。然后煮沸1小时。过滤,用水洗涤沉淀至无 $\text{Cl}^-$ 。于 $107^\circ\text{C}$ 干燥后,再于 $800^\circ\text{C}$ 灼烧1小时。将产品磨成粉状,再次洗涤至无

Cl<sup>-</sup>，在1000℃灼烧。制得的二氧化钛应呈白色或浅灰，如带黄色则是受杂质铁的影响。



溶解400g工业硫酸氧钛于400mL水中，过滤。在搅拌下加入1:1的氨水将pH调到7，析出稀粥状沉淀。搅拌15分钟，过滤。洗涤沉淀至洗液中仅有微量SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>。用800mL工业草酸溶液（200g/L）溶解，过滤除去无机杂质。再向滤液添加400mL水，用1:1氨水沉淀，调pH到8。搅拌15分钟，过滤。洗涤沉淀物至洗液中仅有微量C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>。沉淀物再用草酸溶液溶解，重复上述操作。最后得到沉淀物（TiO<sub>2</sub>·nH<sub>2</sub>O）。于170℃干燥，再于540℃焙烧3小时，得微细粉末状产品。

**用途** 用作分析试剂。用于高纯钛盐制备、制药工业、电容介质、耐高温合金、耐高温海绵钛制备、颜料、聚乙烯着色剂。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2. umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1064, 1962.  
[2] 日本化学会编，曹惠民等译：“无机化合物合成手册”，第一卷，化学工业出版社，287，1983。

## 二 氧 化 钨

I-1(2)-0048

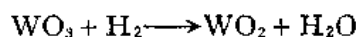
Tungsten dioxide

分子式 WO<sub>2</sub>

分子量 215.85

**理化性质** 红色或棕色重质粉末。相对密度12.11。在氮气中熔点1500~1600℃。不溶于水。加热时易被氧化成三氧化钨。为强还原剂。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在一根石英管中放入装有三氧化钨的小舟，然后置于管式炉中。通入经过净化的氢气及水蒸汽。为避免水汽凝结，通入水蒸汽的导管应采用外加热保持100℃。将反应管加热至800~900℃，经两小时，停止反应。让产品在无氧的氮气流中冷却，即得成品。

**用途** 用于X射线屏、防火纤维、钨盐和金属钨和其合金制造、釉彩制造和分析试剂。

**安全与贮存** 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2. umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1241, 1962.

## 五 氧 化 二 钒

I-1(2)-0049

Vanadium pentoxide

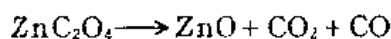
**别名** 钒酸酐 Vanadic anhydride; 无水钒酸

分子式 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

分子量 181.88

**理化性质** 橙黄或红棕色结晶性粉末，相对密度d<sub>4</sub><sup>20</sup>3.357。熔点690℃。于1750℃分解。溶于浓酸形成由红到黄色的溶液；溶于碱形成钒酸盐；不溶于乙醇。其酸性溶液能被二氧化硫还原。

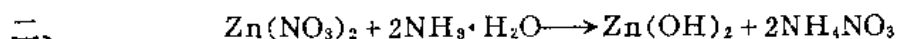
**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



取30 g 锌粒, 用50 ml 稀盐酸(1:5)清洗金属表面, 再用水洗。洗净的锌粒用 80 mL 浓盐酸溶解, 过滤, 除去酸不溶物。将滤液转入1 L 烧杯中, 用水稀释至400 mL, 在电炉上加热至70℃, 备用。

取60 g 草酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 溶于含有5 mL 氨水(2 mol/L)的 400 mL 水中, 加热溶解。趁热过滤, 滤液加热至70℃。

将氨水加入到氯化锌溶液中并调pH为2~4, 在不断搅拌下将热的草酸铵溶液慢慢注入到热的氯化锌溶液中, 沉淀沉降后, 用倾析法洗至无 $\text{Cl}^-$ 为止。抽滤, 水洗5~6次。将沉淀移入蒸发皿中, 在马弗炉中于500℃左右灼烧, 即得氧化锌。



取100 g 硝酸锌, 溶于300 mL 水中, 加入5 mL 硫化铵溶液, 沉淀, 过滤, 除去重金属杂质。在不断搅拌下加入约55 mL 氨水, 使硝酸锌转化成氢氧化锌沉淀。抽滤, 用热水洗涤沉淀6~8次, 抽干, 然后放入瓷皿中, 摊成薄层, 在100~120℃干燥, 并经常翻动。待接近粉末状时, 加热至500~800℃, 灼烧3~4小时, 得20 g 氧化锌, 产率20%。

**用途** 用于医药、有机合成、无机合成。用作分析试剂测Fe、Cr、Ti, 荧光粉基质、光敏材料基质及电子元件。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин, и И. И. Антелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 400, 1974.
- [2] 日本化学会编, 曹惠民等译: 《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 324, 1983.
- [3] 陈鸿彬著, 《高纯试剂提纯与制备》, 上海科学技术出版社, 197, 1981.

## 二 氧 化 锆

I-1(2)-0052

Zirconium dioxide

**别名** 氧化锆; 锆酸酐 Zirconic anhydride

**分子式**  $\text{ZrO}_2$

**分子量** 123.22

**理化性质** 白色重质无定形粉末。相对密度 5.89。熔点约 2700℃。沸点约 5000℃。不溶于水; 溶于硫酸及氢氟酸; 微溶于盐酸和硝酸。能与碱共熔生成锆酸盐。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup> 可将易提纯的锆化合物热分解或氧化分解, 以制备高纯氧化锆。

例如: 将氧氯化锆( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ )用盐酸或甲醇重结晶, 经高温煅烧, 制得成品。

将四烷氧基锆蒸馏提纯, 其蒸气在350~500℃热分解, 得成品。

将四氯化锆蒸馏提纯, 其蒸气与过量氧气在1200℃反应, 得二氧化锆。

**用途** 用作高纯分析试剂。用于高纯锆盐制备、红外光谱仪的光源及 X-射线照相工作。

**安全与贮存** 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编, 曹惠民等译: 《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 288, 1983.
- [2] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1067, 1962.

## 过氧化钡

I-1(2)-0053

Barium peroxide

别名 Barium dioxide

分子式  $\text{BaO}_2$ 

分子量 169.34

**理化性质** 白色或灰白色质重粉末。相对密度4.96。熔点450℃。800℃时，失掉一半氧而转变成BaO。在空气中缓慢分解。不溶于水，但与水接触逐渐分解。在酸的作用下生成相应的钡盐和过氧化氢。强氧化剂。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>

将8g八水合氢氧化钡（化学纯）溶于340mL不含二氧化碳的水中。将溶液冷却至0℃，加入10mL30%的过氧化氢（分析纯）。所得白色有光泽的鳞片状沉淀，用不含二氧化碳的水反复洗涤。产量1.5g。产率15~20%。



取100g氯化钡（ $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶于250mL水，向其中加入250mL30%过氧化氢。在搅拌下再加入200mL氨水（相对密度0.91）。反应完毕，倾去上层清液，用冷水洗涤过氧化钡沉淀，吸滤，于50~70℃干燥，并不时捣碎。再于70~80℃干燥后，贮于磨口瓶中。产量55~60g。

**用途** 用于钡盐或过氧化氢的制备。用作氧化剂、漂白剂、媒染剂。

**安全与贮存** 强氧化剂，强烈腐蚀皮肤。与有机物接触，摩擦或撞击，可能引起燃烧或爆炸。于阴凉处、远离有机物及火源，密闭保存。

## 参 考 文 献

[1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 68, 1974.

[2] С. И. Рейхштейн, И. А. Казарновский: Ж. Физ. Хим., 3, 86 (1932).

## 过氧化氢

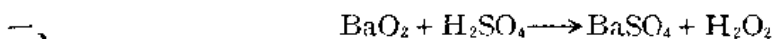
I-1(2)-0054

Hydrogen peroxide

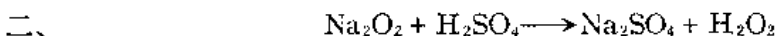
别名 双氧水 (30%  $\text{H}_2\text{O}_2$ )分子式  $\text{H}_2\text{O}_2$ 

分子量 34.02

**理化性质** 无色透明液体。不稳定，有微量杂质则迅速分解。相对密度1.463。熔点-0.43℃。沸点152℃。能与水任意混溶。有氧化性。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>

于100mL15~18%的硫酸中，在冰的冷却下，逐渐加入过氧化钡，加入的量以保持溶液的弱酸性为度（约40g）。倾出上层溶液即得过氧化氢溶液。必要时可进行浓缩，为此可于溶液中加入碳酸钠至呈碱性，用蒸馏过的纯醚进行提取。每次用20mL提取4~5次。将醚提取物置于水浴上蒸发（不要高于40℃）除去醚，将剩余物移置于硫酸保干器中，用此法可以制得50%  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液。





将90 g 过氧化钠在强烈搅拌下分次少量地加入到用冰冷却的800 mL 20%的硫酸中, 应保持温度不高于15℃。放置12小时, 滤去析出的十水合硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) 结晶。将滤液置于磨口真空装置中 (5~10 mm), 在浴温60~65℃ (最后在85℃) 下进行蒸馏, 每次蒸馏量为100 mL。用两个串联的受器 (第二个受器应用冰冷却) 收集馏出物, 第一个受器中的产品含  $\text{H}_2\text{O}_2$  量高于20%, 第二个受器含  $\text{H}_2\text{O}_2$  3% 以下。所得过氧化氢溶液进一步浓缩可在浓硫酸真空保干器中, 于室温下进行, 经过三天即能将25%的溶液浓缩到88%。

过氧化氢稀溶液也可用冻结法使水凝结而达到浓缩的目的。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂、漂白剂。

**安全与贮存** 对皮肤有腐蚀性。有微量杂质存在易引起分解爆炸。塑料瓶密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译: 《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 144, 1964。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 88, 1974.

## 过 氧 化 镁

I-1(2)-0055

Magnesium peroxide

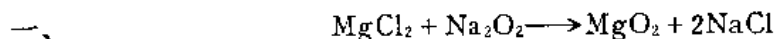
**别名** 二氧化镁 Magnesium dioxide; Magnesium superoxol

**分子式**  $\text{MgO}_2$

**分子量** 56.31

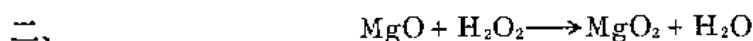
**理化性质** 白色粉末。相对密度0.615。不溶于水, 遇水逐渐分解放出氧。溶于酸, 生成过氧化氢。在干燥空气中稳定, 强热时分解失去氧。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将240 g 六水合氯化镁溶于200 mL 冷却至5℃的水中, 在搅拌下加入80 g 过氧化钠。反应时温度不应高于8℃。加完后再继续搅拌30分钟。再加40 mL 乙醇。1小时后抽滤, 沉淀于50~60℃, 干燥。

干燥后的沉淀置于乳钵中研碎。将20 g 六水合氯化镁溶于60 mL 水中, 用此溶液润湿已研碎的沉淀, 用水洗涤至洗涤液中不含  $\text{Cl}^-$  为止。沉淀于50~60℃干燥。产率85%。



将330 mL 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$  置于烧杯中, 用搅拌器搅拌, 冷却, 在低于30℃的温度下加入100 g 干燥氧化镁, 继续搅拌2小时。过滤, 将沉淀压干置于玻璃皿中, 铺成20~30 mm 的薄层。不时搅拌下于60~70℃干燥至松散状态。产量约150 g。

**用途** 用作氧化剂, 漂白剂与杀菌剂。

**安全与贮存** 本品为氧化剂勿与有机物或易燃物接触。防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 218, 1974.

## 过氧化钠

I-1(2)-0056

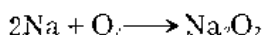
Sodium Peroxide

别名 过氧化碱; Sodium dioxide

分子式  $\text{Na}_2\text{O}_2$ 

分子量 77.98

理化性质 白色或浅黄色粉末。能吸收空气中水分和二氧化碳。相对密度 2.805。在 460℃ 熔融并分解。遇水猛烈放热, 溶解并有部分分解。煮沸其水溶液则分解出氧气。不溶于乙醇。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

在装有进气和出气管的铁制或铝制反应炉中, 装入金属钠, 加热到约 300℃, 通入除去二氧化碳并经干燥的空气, 使钠完全燃烧, 可制得无水过氧化钠。

用途 用作氧化剂、去臭剂、漂白剂、消毒和杀菌剂。用于制备过氧化氢。

安全与贮存 腐蚀皮肤及粘膜。与有机物接触易引起燃烧或爆炸。置阴凉干燥处, 密封保存。

## 参考文献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 261, 1983。  
[2] IO. B. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 513, 1964。

## 氢氧化铝

I-1(2)-0057

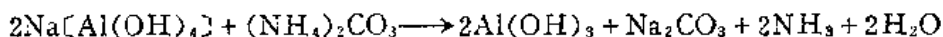
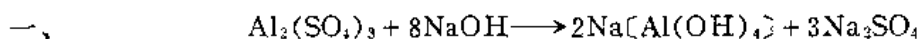
Aluminium hydroxide

别名 Aluminium hydrate

分子式  $\text{Al}(\text{OH})_3$ 

分子量 78.00

理化性质 白色结晶性粉末, 无味。相对密度 2.42。热至 300℃ 失水成氧化物。几乎不溶于水。为两性物质, 溶于酸和碱。

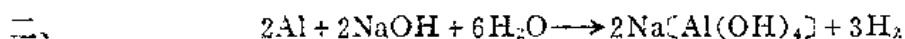
合成方法<sup>[1,2,3]</sup>

溶解 100g 工业品硫酸铝  $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}]$  于 150mL 水中, 过滤。加热滤液至 75~80℃ 后以细流注入到由 63g 氢氧化钠和 150mL 水所配成的热溶液中, 同时不断搅拌。将此溶液于 70~80℃ 保温约半小时后, 以双层滤纸仔细滤清。

另取碳酸铵(纯) 32~35g 溶于 120mL 水, 通入二氧化碳至饱和, 过滤。将此溶液加入到上述滤液中。氢氧化铝随即析出。为了让沉淀完全, 且沉淀剂又不过量, 应使碳酸铵溶液在不断搅拌下开始以细流迅速加入, 接近终点时, 分次少量加入。

所得混合物于 80~85℃ 保温半小时, 静置, 吸滤沉淀, 用热水洗涤至完全除去  $\text{SO}_4^{2-}$  为止。制得的膏状氢氧化铝可用于制取各种盐。若在 110℃ 下干燥可得干燥氢氧化铝。产量 18g, 产率 90% 左右。

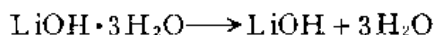
可用过量氯化铵分解铝酸盐溶液制得氢氧化铝沉淀。



**理化性质** 无色结晶或白色粉末。相对密度 1.46。熔点 450℃。具有强碱性。易从空气中吸收二氧化碳和水。920℃分解。溶于水，微溶于乙醇。水中溶解度：

|         |       |       |       |       |       |       |       |
|---------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C   | 0     | 10    | 20    | 40    | 60    | 80    | 100   |
| LiOH, % | 10.64 | 10.80 | 11.14 | 11.68 | 12.76 | 14.21 | 16.05 |

**合成方法**<sup>〔1,2〕</sup>



在不锈钢转炉中通入不含 CO<sub>2</sub> 的干燥空气后，加入 876.8 g 三水合氢氧化锂。加热保持温度在 130~150℃。在 1 小时内可以观察到水蒸汽消失，得到一种粒状氢氧化锂。停止加热。冷至 50℃ 时，立即将产物装入密封的瓶中（所有物料的转移均需在不含二氧化碳的干燥箱中进行）。

**用途** 用作分析试剂、照相显影剂、催化剂。用于锂盐制造。

**安全与贮存** 强腐蚀性。应防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Jacob Kleinberg 编，张靓华译：《无机合成》，第七卷，1，1974。  
〔2〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，387，1983。

### 氢 氧 化 镁

I-1(2)-0060

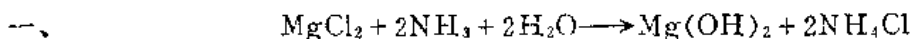
Magnesium hydroxide

**别名** 奶镁 Milk of magnesia; Magnesium hydrate

**分子式** Mg(OH)<sub>2</sub> **分子量** 58.32

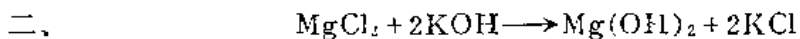
**理化性质** 白色无定形粉末。相对密度 2.36。加热到 350℃ 脱水，成为氧化镁。难溶于水；溶于酸和铵盐溶液。易吸收二氧化碳生成碱式碳酸镁。

**合成方法**<sup>〔1,2〕</sup>



在激烈搅拌下，于 70℃ 将大量浓氨水加入到饱和氯化镁溶液中，生成氢氧化镁沉淀。由于氢氧化镁极易与二氧化碳反应，所以使用的水均应事前煮沸。使用的氨水也应不含二氧化碳。氢氧化镁还易与二氧化硅反应，所以不宜使用玻璃器皿。

上述沉淀与母液一起放置两天，在放置过程中将其两次加热到 70℃。沉淀用倾析法洗涤，然后在涂有石蜡的镍管中进行离心分离。沉淀的生成与洗涤均应在密闭的容器中进行。产品为细小结晶。



将 137.5 g 氢氧化钾、48.5 g 六水合氯化镁和 243 mL 水放入广口铂坩埚中，置于电炉中加热至 210℃ 并保温 30 分钟至熔融物变为透明。缓缓冷却，在 18 小时内冷却至室温。将熔融物用水处理，用玻璃砂芯漏斗过滤，结晶用水洗涤数次。于 150℃ 干燥 2 小时，得到直径为 0.2 mm 的完整的氢氧化镁晶体。

**用途** 用作分析试剂。用于制糖和制药工业。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，390，1983。  
〔2〕 G. Brauer，何泽人译：《无机制备化学手册》上册，增订第二版，燃料化学工业出版社，559，1972。

## 氢 氧 化 钾

I-1(2)-0061

Potassium hydroxide

别名 苛性钾 Caustic potash; 苛性碱; 钾灰; Potassa; Potassium hydrate

分子式 KOH

分子量 56.11

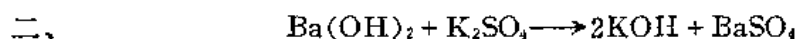
理化性质 白色易潮解晶体。相对密度2.044。熔点360.4℃。沸点1320℃。易吸收空气中的水份及二氧化碳。易溶于水和乙醇,同时放出大量热。水中溶解度:

|        |      |      |      |      |       |       |       |       |       |
|--------|------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C  | 0    | 10   | 15   | 20   | 30    | 32.5  | 50    | 100   | 125   |
| KOH, % | 49.2 | 50.7 | 51.7 | 52.8 | 55.76 | 57.44 | 58.33 | 64.03 | 68.06 |

合成方法<sup>(1,2)</sup>

一、用电解法电解纯碳酸钾可以制得纯氢氧化钾。电解槽为双层圆形瓶。内层高40cm,直径24cm。置入3个直径20cm的银质圆片作阳极,总面积约2000cm<sup>2</sup>。外层高18cm,直径40cm,注入约9kg纯汞作为阴极。

将含有130g碳酸钾的浓溶液470ml注入电解槽的内层。使阳极转动(每分钟60转),并通入20~30A、3~5V的电流,电压逐渐提高到8~9V。电解3小时后,将电流强度降至0.2~0.1A。再电解1小时。所得溶液移入银皿,蒸发。得氢氧化钾,产量100g。



于铁皿中将300gBa(OH)<sub>2</sub>·8H<sub>2</sub>O溶于1L水中,加入含有120g硫酸钾的浓溶液进行反应,直至上层清液与Ba<sup>2+</sup>及SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>均不产生沉淀时为止。过滤,滤液于银锅中蒸发至熔融时,将银锅倾斜作圆形转动,使氢氧化钾成均匀薄层而凝固。粉碎制成的薄片,趁热置于瓶中密封。

用途 用作分析试剂。用于制皂、造纸、纺织、印染、制药、电镀等化学工业以及有机合成。

安全与贮存 本品具有强腐蚀性。应防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 217, 1964。  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 126, 1974.

## 氢 氧 化 钠

I-1(2)-0062

Sodium hydroxide

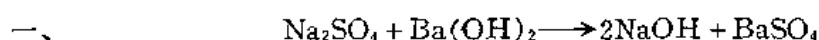
别名 苛性钠 Caustic soda; 烧碱; 火碱; Sodium hydrate

分子式 NaOH

分子量 40.00

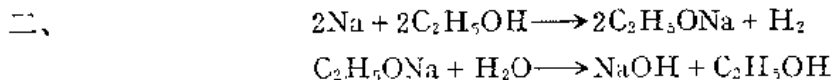
理化性质 白色片状物。相对密度2.130。熔点318.4℃。沸点1390℃。易溶于水,同时强烈放热。溶于乙醇和甘油。不溶于乙醚和丙酮。在空气中能吸收水分而溶解。吸收二氧化碳逐渐变成碳酸钠。有强腐蚀性。水中溶解度:

|         |      |      |      |      |      |      |
|---------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C   | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 110  |
| NaOH, % | 29.6 | 52.2 | 56.3 | 63.5 | 75.8 | 78.5 |

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将硫酸钠溶液注入氢氧化钡溶液中,控制到取出少量溶液过滤,滤液用盐酸酸化后分为

两份。一份加入硫酸钠溶液不再生成沉淀。另一份加入氯化钡有轻微混浊出现,反应到终点。将反应物静置澄清后,用虹吸法吸出透明溶液,注入银皿中浓缩至相对密度为1.33 (即30% NaOH)。也可用氢氧化钙和碳酸钠溶液经复分解反应而制得。



欲制备不含碳酸盐的氢氧化钠溶液时,可将2~3 g已除去氧化物外皮的纯金属钠,置于煤油中称重,分次加入到100 mL无水乙醇中,待钠全部溶解后,将溶液称入1 L量瓶中,用已经沸腾过的水稀释至刻度。可得0.1 mol NaOH溶液。

**提纯方法** 欲制备纯度较高的固体氢氧化钠,可将100 g工业氢氧化钠溶于1 L不含乙醚的无水乙醇。在不含二氧化碳和湿气的干燥空气中过滤。滤液浓缩除去乙醇,随着浓缩有固体乙醇钠生成,分离,用无水乙醇洗涤数次,再长时间减压下加热,可得含量约为99.8%的纯氢氧化钠。

**用途** 用作分析试剂。用于钠盐制备及皂化剂。也可作少量二氧化碳和水的吸收剂。

**安全与贮存** 有强腐蚀性,慎勿与人体接触。防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编,曹会民等译:《无机化合物合成手册》第一卷,化学工业出版社,388,1983。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 253, 1974.

## 第三节 酸

### 砷 酸

I-1(3)-0001

Arsenic acid

**别名** 正砷酸 Orthoarsenic acid

**分子式**  $\text{H}_3\text{AsO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$  **分子量** 150.95

**理化性质** 无色透明结晶。相对密度2.0~2.5。熔点35.5℃。溶于水(同时放热)、乙醇、甘油和碱溶液。在空气中潮解。在100℃长时加热得无水砷酸( $\text{H}_3\text{AsO}_4$ )。在140~180℃形成焦砷酸( $\text{H}_4\text{As}_2\text{O}_7$ ),加热至200~206℃生成偏砷酸( $\text{HAsO}_3$ ),至300℃即生成砷酸酐( $\text{As}_2\text{O}_5$ )。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将100 mL浓硝酸(相对密度1.38)由滴液漏斗慢慢滴入到100 g的三氧化二砷中,加热至不再逸出氮的氧化物气体为止。过滤,将滤液蒸发至干。所得固体物用少量水重新溶解、过滤、蒸发浓缩到溶液温度达130℃为止。放入浓硫酸干燥器中冷却,得到透明结晶。

**用途** 用作分析试剂及杀虫剂。用于制砷酸盐及有机颜料。

**安全与贮存** 剧毒。水溶液溅到皮肤上起泡。密封保存,专人保管。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer著,何泽人编译:《无机制备化学手册》,上册,增订第二版,燃料化学工业出版社,368,1972。

## 硼 酸

I-1(3)-0002

Boric acid

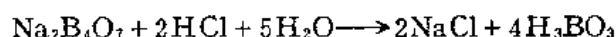
别名 Boracic acid; Orthoboric acid

分子式  $\text{H}_3\text{BO}_3$ 

分子量 61.83

理化性质 无色有光泽的鳞状结晶。相对密度  $d_4^{20}$  1.435。100℃~105℃ 转变为偏硼酸 ( $\text{HBO}_2$ )。在140~160℃时变成焦硼酸 (四硼酸)。灼烧偏硼酸则变为三氧化二硼。偏硼酸溶于水又成为硼酸。溶于水、乙醇、甘油; 不溶于乙醚。水中溶解度:

| t, °C                       | 0   | 20  | 40   | 60    | 80    | 100  |
|-----------------------------|-----|-----|------|-------|-------|------|
| $\text{H}_3\text{BO}_3$ , % | 2.6 | 4.8 | 8.02 | 12.90 | 19.11 | 28.7 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将100g经重结晶精制后的硼砂溶于250mL沸水中, 加入150mL25%的盐酸, 放置过夜。在玻璃棉上吸滤, 用少量水洗涤。再用3.5倍的沸水重结晶数次, 至所得结晶在氧化焰上呈纯粹的绿色。再用冷水溶解 (1:25), 重结晶以除去氯离子。将所得结晶夹在滤纸中间干燥, 再放到装有浓硫酸的真空干燥器中干燥, 得成品。

提纯方法 将硼酸反复进行重结晶。直到取少量硼酸, 在坩埚里熔融应成无色玻璃状。如果为灰色, 说明含有机物。可将硼酸和硝酸铵混合熔融成为均匀溶体, 再使其固化为三氧化二硼, 然后加水煮沸溶解, 蒸发结晶, 即得纯品。

用途 用作分析试剂及医药消毒剂。

## 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 386, 1983。  
[2] G. Brauer著, 何泽人编译《无机制备化学手册》, 上册, 增订第二版, 燃料化学工业出版社, 479, 1972。

## 氯 铂 酸

I-1(3)-0003

Chloroplatinic acid

别名 氯铂氢酸; Acid platinum chloride

分子式  $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 517.92

理化性质 棕黄色易潮解结晶。相对密度2.431。熔点60℃。易溶于水、乙醇、乙醚及丙酮。在室温下会失去结晶水。在115℃部分分解成二氯化铂。灼烧之即形成海绵状铂。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将铂于通风处在水浴上加热溶解于3体积盐酸和1体积硝酸的混合液中 (盐酸和硝酸的相对密度分别为1.19和1.4)。加热蒸发, 不时补加水 and 盐酸, 直到变成浆状溶液。冷却, 加入其体积的一半的乙醇, 再加入饱和纯氯化铵溶液, 直到不再析出黄色氯铂酸铵的沉淀为止。滤出沉淀, 用30%氯化铵溶液洗涤; 抽干, 于100~110℃下干燥后, 再于300℃灼烧, 得到纯海绵状铂。

将制得的铂再溶于纯浓盐酸及纯浓硝酸的混合液中, 过滤, 蒸发滤液直到取出少量溶液冷却后, 有结晶析出为止 (蒸发达终点时, 须通氯气至溶液饱和)。在不断搅拌下冷却至室

温。得到结晶形氯铂酸。

**用途** 用以沉淀钾、铷、铯及铊，并可使这些离子与钠离子分离。用作生物碱的沉淀剂及催化剂。

**安全与贮存** 本品有毒，可引起接触性皮炎和咽喉等刺激症状。可引起“铂病”。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，345，1964。  
〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 183, 1974.

## 氯 磺 酸

I-1(3)-0004

Chlorosulfonic acid

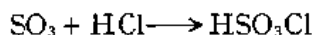
**别名** 氯硫酸；Sulfuric chlorohydrin

**分子式**  $\text{HSO}_3\text{Cl}$

**分子量** 116.52

**理化性质** 无色发烟液体，有刺激臭。相对密度 $d_{4}^{25}$  1.766。熔点 $-80^{\circ}\text{C}$ 。沸点 $158^{\circ}\text{C}$ 。在水中水解生成硫酸和盐酸。能与无水硫酸及发烟硫酸相混合。腐蚀性极强。

**合成方法** <sup>〔1,2,3〕</sup>



取一个圆底三口烧瓶，一口插入气体导入管直至瓶底，第二口插入温度计，第三口接一个前端与氯化钙管（防潮气进入）相连的回流冷凝器。将发烟硫酸（含 $\text{SO}_3$  38~42%）装入瓶内至半满，在室温下从进气管慢慢通入干燥氯化氢气。当不再吸收氯化氢时，用普通的冷凝器换下回流冷凝器，在通氯化氢的条件下蒸馏。收集 $145\sim 160^{\circ}\text{C}$ 之间馏分，得粗品。此粗品微带黄色，可用磨口仪器进行第二次蒸馏。小心收集 $151\sim 152^{\circ}\text{C}$ 的馏分于干净的磨口瓶中。为保持产品无色、保存时间较长，切勿与有机物（如橡皮、软木、灰尘等）接触，收率几乎接近理论量。

若无磨口连接的仪器蒸馏氯磺酸时，可将烧瓶的支管深深地直接插入冷凝器的接管中，并将温度计固定在烧瓶颈上，烧瓶的边缘用石棉薄片覆盖。

**用途** 用于制造磺胺类药品、染料中间体。还用于糖精及军用毒气的制造。用作磺化剂、吸收剂。

**安全与贮存** 本品有毒。有极浓的刺激性气味。腐蚀性很强，对金属、木材、纤维、皮肤都有腐蚀作用。其蒸气对眼、肺有害。遇有机物能引起燃烧，遇水分解发生大量的热和浓烟，甚至爆炸。应防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 G. Brauer著，何泽人编译：《无机制备化学手册》，上册，增订第二版，燃料化学工业出版社，234，1972。  
〔2〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，365，1983。  
〔3〕 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，392，1964。

## 高 氯 酸

I-1(3)-0005

Perchloric acid

**别名** 过氯酸

**分子式**  $\text{HClO}_4$

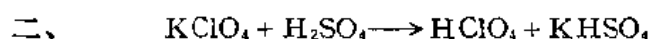
**分子量** 100.46

**理化性质** 无色不稳定的微发烟液体。相对密度  $d_4^{20}$  1.764。熔点  $-122^{\circ}\text{C}$ 。沸点  $14^{\circ}\text{C}/15\text{mmHg}$ ;  $17.3^{\circ}\text{C}/20\text{mmHg}$ ;  $39^{\circ}\text{C}/56\text{mmHg}$ ;  $130^{\circ}\text{C}/760\text{mmHg}$ (爆炸); 约在  $90^{\circ}\text{C}$  开始分解。溶于水。有强氧化性。

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>

一、合成无水高氯酸 用一磨口蒸馏烧瓶, 连接一根75cm长的冷凝器, 和一个冷却到  $-40^{\circ}\text{C}$  的接受器, 再经过装有碱石灰或五氧化二磷的干燥管, 干燥管与抽气泵相连。

在市售70%的高氯酸中加3~5倍浓硫酸(超过5倍时有爆炸危险)装入瓶中, 在恒温浴上控制在  $90\sim 160^{\circ}\text{C}$ 、压力  $20\sim 50\text{mmHg}$  下蒸馏。然后用沸石于  $35^{\circ}\text{C}$  进行减压精馏。这时接受器要冷却到  $-78^{\circ}\text{C}$ , 磨口部分涂有适当粘度的无水磷酸和滑石的混合物, 用五氧化二磷为干燥剂。产品为无水高氯酸。收率80%。



将25g高氯酸钾和100g硫酸(相对密度1.84)置于蒸馏瓶中(与方法一中相同), 在  $10\sim 20\text{mmHg}$  压力下, 于热浴上慢慢加热(烧瓶浸入热浴中的深浅应和瓶中液面相同, 以免蒸气部分过热)。约  $90^{\circ}\text{C}$  时反应开始, 以后控制加热温度, 应使约在1小时内达到  $160^{\circ}\text{C}$ 。维持此温度2小时, 让氯酸钾全部溶解, 而高氯酸被蒸馏出。

粗制的高氯酸通常为黄色(二氧化氮存在之故)。可于  $10\sim 20\text{mmHg}$  压力和  $35\sim 40^{\circ}\text{C}$  下再蒸馏一次(第二次蒸馏时最好用一根以磨口通入瓶中的真空蒸馏毛细管, 将干燥空气通过酸中, 即可很快地除去黄色)。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂。用于高氯酸盐的制备。

**安全与贮存** 本品为强氧化剂, 性质不稳定, 在强烈震动、撞击下会引起燃烧爆炸。有腐蚀性, 溅在皮肤上能引起恶性疼痛的灼伤。应与有机物、易燃物分库存放。切忌混贮混运。应防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 355, 1983。  
[2] G. Brauer著, 何泽人编译,《无机制备化学手册》, 上册, 增订第二版, 燃料化学工业出版社, 194, 1972。

## 氟 硼 酸

I-1(3)-0006

### Fluoboric acid

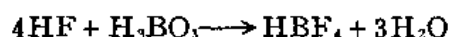
**别名** Fluoroboric acid; 硼氟酸 Borofluoric acid; 氢氟硼酸 Hydrofluoboric acid

**分子式**  $\text{HBF}_4$

**分子量** 87.81

**理化性质** 无色透明液体。能与水、乙醇相混溶。为强酸。在  $130^{\circ}\text{C}$  分解。常温下不腐蚀玻璃。

#### 合成方法<sup>[1]</sup>



将70~90%的氢氟酸, 装在一个容器中, 用水冷却, 将硼酸(较计量稍多)分成小份分几次加入。反应过程放出大量热。反应完毕, 待过量的硼酸沉下, 倾出上层氟硼酸溶液, 得纯品。

**用途** 制备氟硼酸盐。用于海绵钛及其合金的溶解、重氮盐类稳定剂及电解工业。



**安全与贮存** 本品有毒，具有强腐蚀性，应密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 G. Brauer著，何泽人编译：《无机制备化学手册》，上册，增订第二版，燃料化学工业出版社，139，1972。

### 氢 溴 酸

I-1(3)-0007

Hydrobromic acid

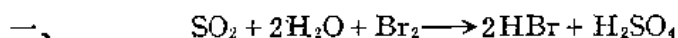
**别名** 溴氢酸

**分子式** HBr

**分子量** 80.92

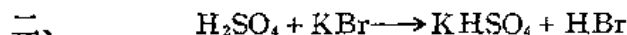
**理化性质** 无色或略带黄色的液体。暴露在空气或日光下，由于分解出溴使颜色逐渐加深。市售品有40%（相对密度1.38）及47%（相对密度1.48）两种规格。在760mmHg下，恒沸点为126℃（浓度为47%）。稍有还原性。

**合成方法** <sup>(1,2,3)</sup>



向200mL水，500mL溴及650g碎冰块的混合物中以最大速度通入二氧化硫。待棕色的溴蒸气消失时，继续通入二氧化硫3~5分钟。然后将溶液移入分液漏斗中，分去下层少量的有机杂质。过滤剩下的溶液，并分次加入少量的溴（2~3mL）以除去过量的二氧化硫。蒸馏溶液，收集122~126℃的馏分。得44~45%的氢溴酸，约700mL。

向所得氢溴酸中加入20g碳酸钡或氢氧化钡，以除去 $\text{SO}_4^{2-}$ 。静置10~12小时，过滤，再进行蒸馏。收集122~125℃馏分，得相对密度为1.47~1.49的氢溴酸，产量590mL。



将120g溴化钾与200mL水的混合物，用冷水冷却。慢慢加入90mL浓硫酸，勿超过75℃（防止生成游离溴）。将溶液冷至室温，滤去硫酸氢钾。滤液装入500mL的蒸馏瓶中，将水分馏出后，收集低于恒沸点1℃的馏分（740mmHg压力时沸点122.5℃，760mmHg压力时为126℃），当温度开始下降时，即停止蒸馏，收率约85%。

此法所得氢溴酸，约含0.1%硫酸。欲除去硫酸并使浓度提高，可收集低于恒沸点5℃的馏分。再将此馏液二次蒸馏，并收集恒沸点时的馏分，得纯品。



取1L烧杯，加入500mL水和200g溴，在搅拌下慢慢通入硫化氢（由于反应放热）。随着反应的进行溴逐渐溶解。将反应物煮沸赶出过量硫化氢，冷却后过滤。滤液蒸馏。在初馏中可除去大部分氯化物和溶解的硫，得到共沸点的馏分，可以直接用于一般实验。如需提高纯度可按上述提纯方法进行。

欲制浓氢溴酸时，在冰冷的条件下，将溴化氢吹入纯水或47%氢溴酸中，可得0℃为69%、10℃为67%的发烟氢溴酸。

**用途** 主要用于制造无机溴化物或有机溴化物。用作分析试剂、触媒及还原剂。

**安全与贮存** 本品可引起粘膜及皮肤的刺激和灼伤，长期接触出现慢性呼吸道刺激症状和消化功能障碍。应置阴凉处避光、密封保存。接触到浓酸时，立刻用大量水冲洗。

### 参 考 文 献

〔1〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，349，1983。

〔2〕 G. Brauer著，何泽人编译：《无机制备化学手册》，上册，增订第二版，燃料化学工业出版社，174，1972。

泡, 易将铜管堵塞。故开始慢慢加热2~3小时, 然后逐渐升温至500~600℃。当发生的气体减弱时, 用吸气器轻轻地抽吸, 保持吸收液不倒流。反应完毕后, 称量聚乙烯瓶重, 可制得约45%氢氟酸, 收率约90%。

另外, 将钢瓶装的99.9%氯化氢气吹入冰水中, 也可以制得纯度较高的氢氟酸。

**用途** 用作分析试剂, 如硅的测定。用于高纯氟化物的制备、玻璃蚀刻及电镀表面处理。

**安全与贮存** 剧毒、具有强腐蚀性, 能烧伤皮肤, 并有渗透至骨骼引起氟骨病的危险。应避免光、密封保存于聚乙烯或聚四氟乙烯瓶中。

## 参 考 文 献

〔1〕 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 348, 1983。

## 氢 碘 酸

I-1(3)-0010

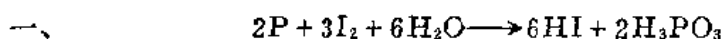
Hydroiodic acid

**分子式** HI

**分子量** 127.91

**理化性质** 无色、有刺激味液体。市售品有57%和52%两种浓度。相对密度1.70(57%)。恒沸点126.7℃(760mmHg)。在空气中强烈发烟, 见光或久置变棕色。有微量杂质存在可加速分解。有强还原性。

**合成方法** <sup>〔1,2,3〕</sup>



将44g碘和4g红磷或黄磷(在水下切成小块)放入水中进行反应。所得溶液经仔细过滤后, 蒸馏。收集125~130℃的馏分, 得含57%HI的氢碘酸。

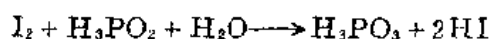


在1L烧杯中加入500mL纯水和40g碘, 在通风橱内慢慢吹入硫化氢, 同时用力搅拌。当溶液无色时, 再加碘50g, 并吹入硫化氢。如此反复操作直至碘的总量加到250g为止(分批投料, 为了析出的硫不致把碘包住)。最后用碘调至微黄色, 在阴凉处放置1~2日后过滤, 除去硫黄。滤液按常法蒸馏, 弃去126℃以前的馏分(含碘化氢仅2~3%)。126.7℃时得氢碘酸的共沸溶液, 浓度约为57%。

**提纯方法**

一、离子交换法除微量碘用碘化钾水溶液制成碘化物离子型强碱性阴离子交换树脂。将树脂填装到直径为1cm、长为5cm的交换柱里。使溶液以每分钟0.5~1.0mL的速度通过交换柱, 在柱的上部观察有三碘离子蓝黑色吸收带。弃去最初5mL流出液后即为成品(接受器要充满惰性气体, 并注意避光)。

二、对含碘和不挥发物的浓氢碘酸的提纯。



用纯水稀释溶液, 使其相对密度达1.5, 放入蒸馏瓶中。加热到沸点, 滴加50%次磷酸, 直至碘的颜色消失为止。然后进行蒸馏, 收集126~127℃馏分, 得成品。

**用途** 用作还原剂。用于合成碘烷及其它碘化物。有机分析中用以测定甲氧基与乙氧基。

**安全与贮存** 本品有毒并具有强刺激性、强腐蚀性和还原性。应避光密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 358, 1983。  
 〔2〕 G. Brauer著, 何泽人编译:《无机制备化学手册》, 上册, 增订第二版, 燃料化学工业出版社, 193, 1972。

## 高 碘 酸

I-1(3)-0012

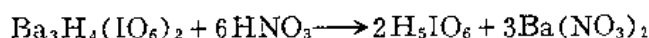
Periodic acid

别名 过碘酸; 仲高碘酸 para-Periodic acid

分子式  $\text{H}_5\text{IO}_6(\text{HIO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ 

分子量 227.94

理化性质 无色吸湿性结晶。加热 $132^\circ\text{C}$ 熔融, 并失水形成偏高碘酸( $\text{HIO}_4$ )。长时间加热则失水产生氧、臭氧等成为五氧化二碘。在真空中加热至 $100^\circ\text{C}$ 开始升华。易溶于水, 100 g 水在 $25^\circ\text{C}$ 可溶112 g。溶于乙醚及乙醇。能溶于浓硝酸。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

取100 g 高碘酸钡用25 mL水浸湿后, 加入200 mL相对密度为1.42的浓硝酸(应无色、不含氮的氧化物)。加热至 $60\sim 70^\circ\text{C}$ 并搅拌1小时, 令其充分反应。然后冷却至 $30\sim 40^\circ\text{C}$ 。吸滤出硝酸钡沉淀, 并用浓硝酸洗涤沉淀至不含高碘酸为止。每次洗涤都应把沉淀搅起。将洗液与滤液合并, 于 $60\sim 70^\circ\text{C}$ 减压蒸发, 使溶液浓缩, 冷却后析出无色高碘酸结晶。因溶液有过饱和现象, 故析出结晶需足够的时间。吸滤出结晶在减压下于 $50^\circ\text{C}$ 干燥, 得高碘酸。母液蒸发浓缩还可析出一部分结晶。收率为90~96%。纯度为99.5~99.9%。

用途 用作测钾的试剂、色谱分析试剂、氧化剂。

安全与贮存 本品有毒, 对眼睛、皮肤有刺激性, 应防潮、避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 G. Brauer著, 何泽人编译:《无机制备化学手册》, 上册, 增订第二版, 燃料化学工业出版社, 196, 1972。  
 〔2〕 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 369, 1983。

## 钼 酸

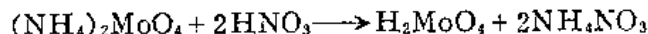
I-1(3)-0013

Molybdic acid

分子式  $\text{H}_2\text{MoO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 

分子量 179.97

理化性质 金黄色结晶。相对密度 $d_{15}^{20} 3.124$ 。 $70^\circ\text{C}$ 时失去结晶水。微溶于水; 溶于酸、氨水和铵盐溶液。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

溶解3份钼酸铵于20份水和20份硝酸(相对密度1.16)的混合溶液内, 静置后, 黄色钼酸结晶( $\text{H}_2\text{MoO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )随即析出。吸滤, 若将结晶置于放有浓硫酸的干燥器中干燥, 则得白色无水钼酸。

欲得纯钼酸, 可由氮氧化钼的水解制得。

用途 用作测定磷、磷酸盐、铅、硅酸盐等试剂。用于电子工业。

安全与贮存 本品属低毒到中毒类, 应密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 H. Г. 克留乞尼科夫著, 申泮文等译:《无机合成手册》, 高等教育出版社, 228, 1953。

## 硝 酸

I-1(3)-0014

Nitric Acid

别名 Aquafortis

分子式  $\text{HNO}_3$ 

分子量 63.01

**理化性质** 无色透明液体。有腐蚀性。见光分解使液体变黄棕。市售商品含  $\text{HNO}_3$  68% 左右。相对密度  $d_4^{20}$  1.41, 恒沸点为  $120.5^\circ\text{C}$ 。为强酸。强氧化剂。

**提纯方法** <sup>〔1,2〕</sup> 用工业硝酸进行蒸馏。弃去初馏分 (含有大量  $\text{NO}_2$  及少量  $\text{Cl}_2$ ) 和残液, 得纯硝酸。欲得不含卤素的硝酸, 可加入少量硝酸银除去后再蒸馏。蒸出的酸因有微量分解, 呈黄色。此时可通入完全纯净的空气流, 直至液体颜色消失为止, 所得酸的相对密度为 1.4~1.45。

**用途** 用作分析试剂。用于有机合成、染料、制药、炸药等。

**安全与贮存** 本品是强氧化剂, 具有强腐蚀性, 触及皮肤易溃烂。应远离可燃物。用陶瓷坛、玻璃瓶避光, 密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》: 第一卷, 化学工业出版社, 370, 1983。  
〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 162, 1974.

## 磷 酸

I-1(3)-0015

Phosphoric acid

别名 一缩原磷酸 Orthophosphoric acid

分子式  $\text{H}_3\text{PO}_4$ 

分子量 98.00

**理化性质** 无色液体或正交晶系晶体。相对密度  $d_4^{16}$  1.8340。熔点  $42.35^\circ\text{C}$ 。于  $213^\circ\text{C}$  失去  $\frac{1}{2}$  分子水生成焦磷酸 ( $\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )。于  $300^\circ\text{C}$  生成偏磷酸 ( $\text{HPO}_3$ )。易溶于水及乙醇, 并放热。浓酸在瓷器中加热时有侵蚀作用。

**合成方法** <sup>〔1,2,3〕</sup>



将 127 g 黄磷及 1400 mL 硝酸 (相对密度 1.2) 放入曲颈甑中, 于通风处小心加热。若硝酸相对密度大于 1.2 时, 反应过于猛烈, 有爆炸危险。反之, 若小于 1.2 时, 则反应速度甚慢。待黄磷熔融后, 反应趋于平稳。经过 10~12 小时后, 将溶液移入瓷蒸发皿, 蒸发赶去剩余硝酸 (用硫酸亚铁和硫酸检验)。蒸发温度不应高于  $188^\circ\text{C}$ 。同时检验有无亚磷酸存在 (试液与氯化高汞不应生成黑色沉淀)。若有亚磷酸存在, 应加入少许发烟硝酸继续蒸发。

所得溶液在加热下用硫化氢沉淀出杂质砷后, 用水稀释, 过滤, 蒸发滤液至液体温度超过  $160^\circ\text{C}$ 。所得制品几乎是 100% 的磷酸。

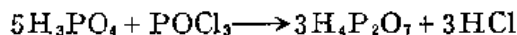


溶于热水很快转化为磷酸，可溶于乙醇和乙醚。

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>

一、85%磷酸浓缩法 将市售85%磷酸在减压下加热到约180℃脱水（100 g 85%磷酸的失重约25~30 g，避免局部过热），即得成品。

#### 二、磷酰氯和85%磷酸反应



将磷酸和磷酰氯装入铂皿，于180℃蒸发。将蒸发后的剩余物放入保干器中用冷却剂冷却使其结晶。得纯品。

三、五氯化二磷溶解于85%磷酸 在激烈搅拌下，按计算量（100 g 85%磷酸和95~100 g 五氧化二磷）将五氧化二磷一点点地加入到磷酸中，同时加热溶解至透明。再加适量水使五氧化二磷含量为79.76%左右。在室温下放置约两周（防潮）形成结晶。如用水冷却只需要2~3天得成品。

用途 用作催化剂、隐蔽剂。用于制备有机磷酸酯类。

安全与贮存 有腐蚀性。防潮，密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，375，1983。  
〔2〕 G. Brauer著，何泽人编译：《无机制备化学手册》，上册，增订第二版，燃料化学工业出版社，334，1972。

### 亚 磷 酸

I-1(3)-0018

#### Phosphorous acid

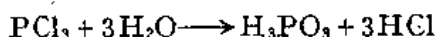
别名 Orthophosphorous acid

分子式  $\text{H}_3\text{PO}_3$

分子量 82.00

理化性质 无色易潮解结晶。固体相对密度  $d_4^{20}$  1.65，液体相对密度  $d_4^{20}$  1.597。熔点 73.6℃。200℃分解，在空气中慢慢被氧化成磷酸。将固体酸加热，起歧化作用分解为磷化氢（剧毒）及磷酸，易溶于水和乙醇。

#### 合成方法<sup>[1]</sup>



将600 mL四氯化碳和200 g新蒸馏的三氯化磷装入1.5 L三口烧瓶（分别装有滴液漏斗、搅拌器和冷凝器）内。在用冰冷却和搅拌下，从滴液漏斗徐徐加入75 g水（反应初期大量放热，缓慢加水约需1小时）。加完水后，撤下冰冷却器，加速搅拌。1小时后，将浆状溶液移入分液漏斗，用四倍量四氯化碳洗涤以除去盐酸（烧瓶内若出现亚磷酸结晶，可加3~4 mL水使其溶解）。洗涤后的酸液用玻璃过滤器抽滤，移入圆底烧瓶，于水浴上加热到60℃，所产生的氯化氢气体及少量水分可用抽气泵经过装满固体氢氧化钠被排出，约需3小时，直至几乎排净为止。所得亚磷酸冷却后放入干燥器中使其结晶。得成品。

用途 用作测汞、金、银、铅、碘酸等的试剂。用于制取亚磷酸盐。

安全与贮存 本品具有腐蚀性。加热至180℃开始分解，产生磷酸和磷化氢（属剧毒类）。应防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，372，1983。

## 磷 钨 酸

I-1(3)~0019

Phosphotungstic acid

别名 钨磷酸 Tungstophosphoric acid

分子式  $H_7[P(W_2O_7)_6] \cdot xH_2O$ 

分子量 2917.13 (无水)

理化性质 白色或浅黄色结晶。微风化。易溶于水, 乙醇和乙醚。在强酸溶液中稳定。与碱共沸则分解。

合成方法 (1,2)

一、取 500mL 16% 磷钨酸钠溶液(由100g  $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ , 15g  $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$  和 400mL 热水相混合)加入 100mL 相对密度为 1.19 的盐酸和 200mL 乙醚(应事先经过水洗、干燥及蒸馏, 并用冰冷却), 置于分液漏斗中, 一并振荡。静置后形成三层: 上层是醚, 中间是氯化钠、盐酸及其它水溶液, 下层是油状的磷钨酸醚合物。(如有氯化钠结晶析出, 可加少量水使其溶解), 分出下层溶液, 在水浴上蒸去醚(小心易燃!)。再加入数滴双氧水, 使还原物退色。冷却, 结晶。结晶中约含0.5%的钠盐。可将结晶溶于水, 再用醚提取, 同上述方法操作, 得到纯品。产率74%。

由于磷钨酸有较强的还原性, 也可用下法提取。用水洗分出的油状液体, 并加少量乙醚, 至再分成三层。将下层分出, 并吹入净化空气(尘埃会使磷钨酸还原)以除去乙醚, 而析出结晶。将所得晶体移于玻璃板上, 于空气中干燥直至乙醚味消失为止。

二、溶解200g 钨酸钠于1L水中, 过滤。缓缓加入150mL相对密度为1.4的硝酸沉出钨酸。用60~75℃热水反复洗涤至滤液不含 $NO_3^-$ 为止。在所得活性钨酸中随即加入2L水及5g磷酸。在搅拌下煮沸6小时。然后蒸发至原体积的1/4。若溶液呈蓝色, 可加几滴10%双氧水退色。用复盖有一层约5mm厚的活性钨酸的过滤器吸滤此热溶液。蒸发滤液至出现结晶。冷却, 立即吸滤以免结团。将所得磷钨酸再溶于水进行重结晶。产率33%。母液可重复使用。

用途 用作各种生物碱、蛋白质、氨基酸、血液的分析试剂。

## 参 考 文 献

- [1] IO. B. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 379, 1964。  
[2] H. Γ. 克留乞尼科夫著, 申泮文等译:《无机合成手册》, 高等教育出版社, 353, 1957。

## 硒 酸

I-1(3)-0020

Selenic acid

分子式  $H_2SeO_4$ 

分子量 144.97

理化性质 无色结晶。易吸潮。相对密度 $d_4^{20}$ 3.004。熔点58℃。沸点260℃(分解, 生成二氧化硒、氧、水)。强氧化性, 易被还原剂(如氢碘酸, 氢溴酸和盐酸等)还原成硒。易溶于水; 溶于硫酸; 不溶于氨水, 在乙醇中分解。

合成方法 (1,2,3)



在1L的磨口烧瓶上熔接一根直达瓶底的进气管。将150g纯的二氧化硒溶于100mL蒸馏水中, 加入烧瓶内, 再慢慢加入500g30%过氧化氢。装上回流冷凝器, 在通氧气的同时回流12小时。生成的硒酸溶液中含有微量的亚硒酸。

欲将溶液浓缩,可用水流吸气器抽真空并通以微弱的空气流(经五氧化二磷干燥)。蒸去大部分的水,直到溶液温度达 $150^{\circ}\text{C}$ 为止(约需4小时)。所得酸的浓度为 $85\sim 90\%$ 。要继续脱水,可在 $1\sim 2\text{mmHg}$ 压力下蒸馏。此时烧瓶中温度不能超过 $160^{\circ}\text{C}$ ,否则硒酸分解为亚硒酸,最好用电热器,以防局部过热。直至冷凝器和接受器中不再有水凝结为止。将所得浓缩液倒入盘里,放到装有五氧化二磷的干燥器中,于 $10\sim 15^{\circ}\text{C}$ 结晶。此时取少量溶液用于冰冷却作成晶种,放回原来溶液中,可提高晶析效率。结晶在 $5\text{mmHg}$ 压力下通以用五氧化二磷干燥过的空气流,通数日之久,即可将水分完全除去。产量约 $190\text{g}$ 。纯度为 $97\sim 98\%$ 。

二、将纯亚硒酸置于带隔膜(多孔瓷杯)的电解池中进行阳极氧化。阴极用不锈钢,阳极用石墨。阳极电解液为每升溶液中含有 $250\text{g}$ 亚硒酸及 $2\text{g}$ 纯氯化氢;阴极电解液含纯氯化氢 $100\text{g/L}$ 。阳极电流密度为 $0.03\text{A/cm}^2$ ,电压为 $3.2\sim 3.5\text{V}$ ,电解液的温度为 $20\sim 25^{\circ}\text{C}$ 。硒酸的产量以电流计为 $80\%$ 。由电解所得硒酸溶液经过滤后,置于瓷皿中蒸发,可得 $85\sim 90\%$ 的硒酸。

**用途** 用于鉴定甲醇和乙醇的试剂及硒盐制备。

**安全与贮存** 本品有毒。其水溶液有刺激性和强腐蚀性。应防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) 日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》,第一卷,化学工业出版社,358,1983。
- (2) G. Brauer 著,何泽人编译:《无机制备化学手册》,上册,增订第二版,燃料化学工业出版社,263,1972。
- (3) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 185, 1974.

### 发 烟 硫 酸

I-1(3)-0021

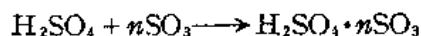
Sulfuric acid, Fuming

**别名** Oleum

**分子式**  $\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot n\text{SO}_3$

**理化性质** 无色或淡黄色油状液体。游离三氧化硫最大含量可达约 $80\%$ 。相对密度 $>1.92$ ;  $d^{15.5} 1.94/\text{含SO}_3 30\%$ ;  $d^{15.5} 1.97/\text{含SO}_3 40\%$ ;  $d^{15.5} 2.016/\text{含SO}_3 69.4\%$ 。有吸水性。遇冷成晶体。在空气中放出三氧化硫烟雾。遇水沸腾。遇有机物、氧化物引起燃烧或爆炸。

**合成方法** <sup>(1,2)</sup>



将浓硫酸与计算量(按规格要求计算)的三氧化硫混合,即成发烟硫酸。若要制焦硫酸,三氧化硫与硫酸的摩尔比略大于1(即三氧化硫稍过量)。将混合物放在 $90\sim 93\%$ 硫酸(吸收 $\text{SO}_3$ 用)旁,同玻璃罩同时罩上,过量的三氧化硫挥发即可得焦硫酸。

**用途** 用作强氧化剂、脱水剂、磺化剂。用于制取三氧化硫。

**安全与贮存** 本品蒸气能刺激眼、皮肤和呼吸系统,能灼伤皮肤。溅在皮肤上应先用 水 冲 洗,再涂敷氧化镁甘油软膏。远离火源,与可燃物、有机物和其它易氧化物质隔离存放。

### 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин等著,于忠等译:《无机化学试剂手册》,中国工业出版社,341,1964。
- (2) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 182, 1974.

## 硫 酸

I-1(3)-0022

Sulphuric acid

别名 Battery acid; Oil of vitriol

分子式  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 

分子量 98.08

**理化性质** 无色无嗅油状液体。含量 98% 的液体。密度为 1.84。熔点  $10.36^\circ\text{C}/100\% \text{H}_2\text{SO}_4$ ;  $3.0^\circ\text{C}/98\% \text{H}_2\text{SO}_4$ 。沸点  $338^\circ\text{C}$  (含量 98.3%)。有强烈吸水性, 对有机物能起炭化作用。与水及乙醇混溶时, 放出大量热并使体积缩小。稀释时, 应少量多次的将酸滴加入水中。

**提纯方法**<sup>(1,2)</sup>

一、从工业发烟硫酸蒸出纯的三氧化硫, 通入水达到饱和, 可得化学纯的硫酸。

二、向工业硫酸中加入 1% (重量) 三氧化铬, 静置后, 注入到容量为 2~3 L 硬质玻璃曲颈甑中。曲颈甑用石棉包好, 并置于作为空气浴的铁釜中。曲颈甑的长颈直接与一根粗大的玻璃管 (作冷却器) 相连。蒸馏在通风下进行, 蒸馏出约 80~85% 的酸量。向其酸中通入微弱的硫化氢气流 16 小时, 然后将混合液静置 2 昼夜, 再蒸馏, 弃去头和尾各 10% 的馏分, 即制得化学纯的硫酸。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂、脱水剂、干燥剂、磺化剂。也用作电子工业用高纯试剂。

**安全与贮存** 本品对皮肤和粘膜具有强腐蚀性。吸入高浓度的酸雾能引起上呼吸道刺激症状、支气管炎、肺水肿。皮肤接触浓硫酸后, 局部刺痛。处理不当容易破溃。溅入眼睛可引起结膜炎、角膜混浊, 严重者可失明。长期接触硫酸酸雾可有鼻粘膜萎缩, 伴有嗅觉减退或消失、慢性支气管炎和牙齿酸蚀症等。车间空气中最高容许浓度为  $2\text{mg}/\text{m}^3$ 。应防潮密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》, 化学工业出版社, 361, 1983。

〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 185, 1974.

## 亚 硫 酸

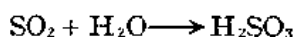
I-1(3)-0023

Sulfurous acid

分子式  $\text{H}_2\text{SO}_3$ 

分子量 82.07

**理化性质** 无色透明液体。相对密度约 1.03。具有二氧化硫的窒息气味。易分解, 有还原性, 在空气中渐被氧化成硫酸。

**合成方法**<sup>(1)</sup>

在瓶中先放入 4/5 的纯水, 相继通过空瓶、硫酸洗瓶、又一个空瓶与二氧化硫气瓶联接。二氧化硫通过洗瓶慢慢通入盛有纯水的瓶中, 即生成亚硫酸。

**用途** 用作分析试剂、还原剂及防腐剂。

**安全与贮存** 本品有腐蚀性。受热分解放出有腐蚀性的气体。见光或曝晒易分解。应于阴凉处, 并远离热源、氰化物、氧化物, 避光密封保存。



淀, 硅酸沉淀的pH约为8。因此盐酸加入量应控制到让硅酸这种杂质全部沉出而只析出少量的钨酸为度。

待硅酸沉淀沉降后, 过滤, 将滤液加热至90~100℃, 在沸腾下加入稀盐酸(1:1)。为了防止钨酸部分还原, 通常在盐酸中加入1~2ml浓硝酸。沉淀完全后, 稍待片刻, 过滤。用酸化后的水洗涤沉淀数次, 再用水洗涤, 于50~60℃干燥。得黄色钨酸。

黄色钨酸也可由钨酸钙、钨酸铵同盐酸进行复分解来制备。

钨酸的白色变体是用盐酸在低温下分解钨酸盐而制得。将冷的200g钨酸铵溶于4480mL水中, 在不断搅拌下加入到150mL 1.26mol/L的盐酸溶液中。用冷水以倾析法洗涤沉淀直至无Cl<sup>-</sup>为止。吸滤, 在空气中干燥。得成品。

**用途** 用作纺织品的媒染剂。用于钨、钨丝的制备。

**安全与贮存** 属于低毒类。密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) Н. Г. 克留乞尼科夫著, 申泮文等译: 《无机合成手册》, 高等教育出版社, 230, 1953。  
(2) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 168, 1974.

## 第四节 氯化物及氯的含氧酸盐

### 氯化铝

I-1(4)-0001

Aluminium chloride

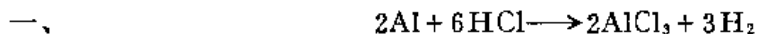
**别名** 三氯化铝

**分子式** AlCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O

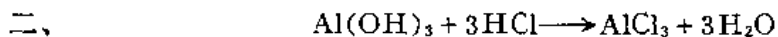
**分子量** 241.43

**理化性质** 白色结晶性粉末。有强烈吸湿性。相对密度2.398。极易溶于水。加热则分解, 同时失水和氯化氢。

**合成方法**<sup>(1,2,3)</sup>



取28g铝溶于460g相对密度为1.125的盐酸中。加热。适当补加水以补偿蒸发损失, 使溶液保持在400mL左右, 反应可能很猛烈, 铝不宜放入过多。反应完毕, 用玻璃棉过滤。蒸发滤液至液面呈现结晶薄膜为止。冷却, 吸滤出结晶, 用相对密度为1.19的浓盐酸以倾析法洗涤结晶。再浸以盐酸吸滤。结晶置于搪瓷盘上, 于干燥处晾干, 直到盐酸气味消失为止。所得成品立即装入干燥的瓶中用石蜡密封。



将750ml相对密度为1.19的盐酸与200mL水混合放入瓷皿中加热到70℃。在搅拌下加入260g干燥氢氧化铝, 慢慢升温到110~115℃。反应激烈进行, 部分氢氧化铝溶解。继续加热保温直至用刚果红试纸检验溶液呈中性反应为止。再加入400mL水, 静置, 过滤, 于水浴上蒸发滤液至成结晶糊。冷却, 吸滤出三氯化铝结晶, 用稀盐酸洗涤。产量约600g。

**提纯方法** 在一三口烧瓶中将氯化铝溶于盐酸。烧瓶装有搅拌器、氯化氢导入管和导出管。导入管下端不宜浸入溶液中。将溶液冷却到0℃, 在搅拌下通入氯化氢气至饱和。导出管连接一个盛有浓硫酸的洗气瓶, 可从洗气瓶观察氯化氢的饱和情况。趁冷吸滤结晶至干,

用少量乙醚洗涤，在搪瓷盘上晾干至氯化氢气完全消失，此法可除去杂质铁。

**用途** 用作分析试剂、防腐剂及媒染剂。

**安全与贮存** 本品有较强的刺激作用，受潮后因发生氯化氢有更强的刺激性。接触皮肤能引起灼伤，应防潮，密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 30, 1974.
- [2] G. Brauer, 何泽人编译:《无机制备化学手册》，上册，增订第二版，燃料化学工业出版社，499, 1972。
- [3] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译:《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，21, 1964。

## 无 水 氯 化 铝

I-1(4)-0002

Aluminium chloride, anhydrous

**别名** 无水三氯化铝

**分子式**  $\text{AlCl}_3$

**分子量** 133.34

**理化性质** 无色透明六角形小片。极易吸潮。相对密度  $d_4^{25} 2.44$ 。熔点  $190^\circ\text{C}$  (2.5atm)； $194^\circ\text{C}$  (5.2atm)。沸点  $182.7^\circ\text{C}/752\text{mmHg}$ 。在大气压力下于  $183^\circ\text{C}$  时升华而不熔融。溶于水、乙醇、乙醚和四氯化碳，同时放出大量的热。

**合成方法** <sup>[1,2]</sup>



在三颈烧瓶中放入玻璃棉，其高度为2~3cm，再填满铝屑。加热至  $100\sim 200^\circ\text{C}$ ，由瓷制导气管通入干燥氯气（通风橱内操作）。反应过程中铝会灼红，升华的气态氯化铝通过接管，进入受器烧瓶中（在接管的支管上连接一个装有氯化钙的干燥管。为了防止结晶堵塞，应加热接管到  $200^\circ\text{C}$ ，保温，并随时用玻璃棒清扫接管）。此外，在通氯气的导管上应装设水封，以防止反应器因压力骤升而炸裂。制成的氯化铝应立即装入干燥的瓶中，密封保存。所得产物为浅黄色物质，纯度为99.3%。



用一个带有双孔软木塞的广口瓶，一孔与一根硬质玻璃反应管（直径25~40cm）相连；另一个孔装上排气管并排入通风橱中。在反应管中放入盛有铝屑或粗粒铝的瓷舟后，将反应管放入电炉中。加热区与广口瓶接受器之间距离不超过8cm，以免升华物将管子堵塞。用石棉保护广口瓶的软木塞免受炉子辐射热。将干燥的氯化氢气（经浓硫酸洗瓶）由反应管的另一端通入。当空气完全排净后，将炉子慢慢加热至管内产生白烟。加大氯化氢流量并升高温度，防止升华物过早冷凝，直至铝全部反应，得到成品。

三、制取活性氯化铝

将5g铝粉、1g二氯化汞和0.5g碘加入到100mL苯中。加热至将近沸腾，在搅拌下通入干燥氯化氢，待氢开始发生（此时碘退色），即可撤去热浴，反应放出的热量可以维持反应进行。生成的氯化铝在铝粉的表面上形成一层保护层，故铝不能完全反应。

**用途** 用作分析试剂及脱水剂。用于冶金工业与石油裂化的催化剂。

**安全与贮存** 防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer著, 何泽人编译:《无机制备化学手册》, 上册, 增订第二版, 燃料化学工业出版社, 497, 1972。  
 [2] Ю. Б. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 20, 1964。

## 氯化铵

I-1(4)-0003

Ammonium chloride

分子式  $\text{NH}_4\text{Cl}$ 

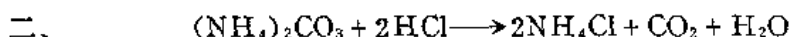
分子量 53.49

理化性质 无色结晶或颗粒性粉末。相对密度1.53。340℃升华并分解成氨和氯化氢。易溶于水, 难溶于醇。水中溶解度:

|                            |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                      | 0    | 10   | 20   | 30   | 40   | 50   | 60   | 70   | 80   | 100  |
| $\text{NH}_4\text{Cl}$ , % | 22.7 | 24.9 | 27.1 | 29.3 | 31.4 | 33.5 | 35.6 | 37.6 | 39.6 | 43.6 |

合成方法<sup>[1]</sup>

将150mL纯的氨水(25%)用冰水冷却, 小心地分次用300mL盐酸进行中和。若溶液显酸性, 则加入氨水至呈弱碱性。将溶液热至沸腾, 过滤, 蒸发滤液至出现结晶膜。冷却、结晶。



向纯的饱和碳酸铵溶液中加入浓盐酸, 直到溶液不产生二氧化碳为止。浓缩溶液, 冷却, 吸滤所得结晶。

提纯方法 溶解 150g 工业氯化铵(含不挥发性物质较少的)于 225mL 蒸馏水中, 加热至沸。加入氨水至呈碱性反应后, 再煮沸几分钟, 过滤(沉淀主要为氢氧化铁)。滤液经冷却, 得细小结晶氯化铵。吸滤, 用冰水洗涤结晶后, 于室温下干燥, 可得分析纯的产品 50g。母液经过浓缩, 还可得一部分纯品。

用途 用作分析试剂。用于制药工业及合成纤维粘度的检验。

安全与贮存 置阴凉处。防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 33, 1974.

## 氯化铜铵

I-1(4)-0004

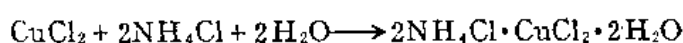
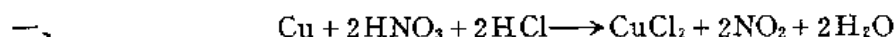
Ammonium cupric chloride

别名 氯化铵铜 Copper ammonium chloride

分子式  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{NH}_4\text{Cl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 277.46

理化性质 天蓝色结晶。相对密度1.99。熔点110℃(分解)。溶于水、氨水、酸和醇。

合成方法<sup>[1]</sup>

在瓷皿中混合200mL水、150mL盐酸(相对密度1.19)及50mL硝酸(相对密度1.4)。逐渐加入60g电解铜丝。微热, 待铜丝完全溶解后, 加热赶出氮的氧化物。再加入另配制的

氨溶液 (275 mL 水溶解 85 g 氨)。加热, 趁热滤入瓷皿中。再加入数毫升相对密度为 1.19 的盐酸 (如不加盐酸, 产品将呈浅褐色)。于水浴上蒸发至出现结晶膜, 用玻璃棒将结晶膜压入皿底, 再蒸发一段时间。冷至室温, 吸滤出结晶, 用 30~40 mL 蒸馏水洗涤后, 于室温下干燥, 随即贮于磨口瓶中。产量为 50 g。蒸发母液还可得 50 g 产品。

二、在水浴上将 100 g 纯氯化铜溶解在尽可能少的水中, 过滤。在搅拌下加入经过滤的纯氯化铵饱和溶液 63 g。然后蒸发溶液至出现结晶膜, 冷却。吸滤出结晶, 置滤纸上于室温下干燥, 得成品。

用途 用作分析试剂, 如测定钢铁中的磷和碳。

### 参 考 文 献

〔1〕 KO. B. 卡尔雅金等著, 于忠等译: 《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 405, 1964。

### 氯化镁铵

I-1(4)-0005

Ammonium magnesium chloride

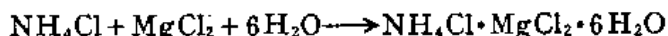
别名 氯化铵镁 Magnesium ammonium chloride

分子式  $\text{NH}_4\text{Cl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

分子量 256.79

理化性质 无色或白色结晶。易潮解。相对密度 1.456。溶于水。热至 100℃ 失去 2 分子结晶水, 195℃ 失去 4 分子结晶水。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



将氯化铵用硝酸处理以破坏其中所含的胺。分别进行升华和重结晶。然后在干净的空气流 (经过碳酸钾溶液和浓硫酸洗涤) 中再进行升华精制。

取 1 mol 结晶氯化镁 ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于 30 mL 水和 1 mol 精制氯化铵溶于 70 mL 水, 将两种溶液混合后, 煮沸数分钟, 静置冷却, 于稍高于 50℃ 时, 即分离析出的结晶。必要时, 可重结晶一次。吸干, 稍微干燥, 即得成品。

用途 制取无水氯化镁和镁混合剂。

安全与贮存 防潮密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 G. Brauer 著, 何泽人编译, 《无机制备化学手册》, 上册, 增订第二版, 燃料化学工业出版社, 556, 1972。

### 高氯酸铵

I-1(4)-0006

Ammonium perchlorate

别名 过氯酸铵

分子式  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$

分子量 117.49

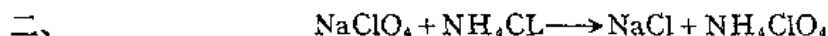
理化性质 无色或白色结晶。相对密度 1.95。易溶于水; 溶于甲醇; 微溶于乙醇、丙酮。210℃ 开始分解, 并放出氮、氯、氧等气体。水中溶解度:

|                               |       |       |       |       |       |       |
|-------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C                         | 0     | 20    | 40    | 60    | 80    | 100   |
| $\text{NH}_4\text{ClO}_4$ , % | 11.56 | 20.85 | 30.68 | 39.05 | 48.19 | 57.01 |

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



在400mL30%高氯酸中逐渐加入氨水(相对密度0.91),直至溶液对石蕊呈碱性反应时为止。将溶液加热至沸,冷却,过滤。在水浴上蒸发滤液近干,所余母液不应多于10mL。冷却至室温,充分吸干结晶,于110℃干燥。产量为165~168g(以高氯酸计产率为95%)。



由高氯酸钠和氯化铵经复分解反应而制得,溶解度较小的高氯酸铵得以析出。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂。用于炸药合成及农业上测磷。

**安全与贮存** 有强氧化性。对眼、皮肤和呼吸系统有刺激作用。遇有机物易燃烧或爆炸。于阴凉处密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 IO. B. 卡尔雅金等著,于忠等译:《无机化学试剂手册》,中国工业出版社,66,1964。  
〔2〕 E. B. 哈姆斯基著,古涛等译:《化学工业中的结晶》,271,1984。

## 五 氯 化 锑

I-1(4)-0007

Antimony pentachloride

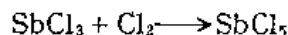
**别名** Antimony perchloride

**分子式**  $\text{SbCl}_5$

**分子量** 299.02

**理化性质** 无色或微黄色油状液体。有恶臭。相对密度 $d_4^{20}(\text{液})$ 2.336。熔点2.8℃。沸点140℃(常压)部分分解,真空蒸馏则不分解。在空气中强烈发烟。与少量水生成一水合物或四水合物,遇大量水将水解析出五氧化二锑。溶于盐酸、酒石酸和三氯甲烷。

**合成方法**〔1,2,3〕



在装有进气口和出气口的烧瓶中,装入200g三氯化锑,加热熔融。通入干燥氯气,直至不再吸收为止。再通入用五氧化磷干燥过的空气,以除去过剩的氯。然后真空蒸馏。在22mmHg时,沸点79℃。产量250g。产率95%。

**用途** 用于制备高纯锑的原料、催化剂、检验生物碱和铯。用作有机氯化的载体。

**安全与贮存** 有毒,有腐蚀性。遇水发热冒烟。防潮,密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 IO. B. 卡尔雅金等著,于忠等译:《无机化学试剂手册》,中国工业出版社,679,1964。  
〔2〕〔日〕日本化学会编:“实验化学讲座,9,无机化合物的合成与精制”,丸善株式会社,595,1958。  
〔3〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座,8,无机化合物的合成(Ⅱ)”,丸善株式会社,673,1977。

## 三 氯 化 锑

I-1(4)-0008

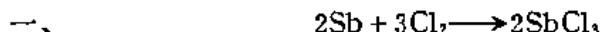
Antimony trichloride

**别名** 氯化亚锑 Antimonous chloride

**分子式**  $\text{SbCl}_3$

**分子量** 228.11

**理化性质** 白色斜方晶体或熔融块状物。相对密度3.140。熔点73.4℃。沸点233℃。易潮解,在空气中发烟。遇水即水解为氯氧化锑。溶于盐酸、酒石酸、乙醇、三氯甲烷、苯、二硫化碳、丙酮。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

在支管烧瓶的上口，用软木塞连接一玻璃牛角弯管（弯管上口直径约15mm，下口约8mm），其水平部分略向上倾斜。在弯管内松松地装入锑块，用塞子轻轻塞住弯管的上口。从烧瓶的支管通入干燥氯气，流量不可太大，以恰好消耗于与金属锑反应为宜。生成的三氯化锑和五氯化锑混合液流入烧瓶底部。反应结束后取下弯管，在烧瓶中加入少量锑块，用带有温度计的塞子塞住烧瓶口。然后在水浴中加热，以还原其中的五氯化锑（必要时再加入少量锑粉）。然后进行蒸馏，收集218~220℃的馏分，接受器应防止空气中的潮气进入（全部操作应在通风橱内进行）。



用精制的氯化锑与盐酸共同蒸馏，可得到纯度较高的产品。

**用途** 用作分析试剂，如氯醛、芳香烃等的测定。用于有机合成、催化剂。

**安全与贮存** 有毒、对皮肤有烧蚀性。防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] IO. B. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，682,1964。  
[2] [日]日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物之合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，672,1977。

## 氯 化 氯 锑

I -1(4)-0009

## Antimonyl chloride

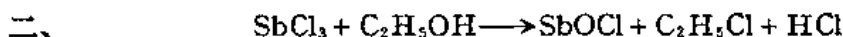
**别名** 一氯化锑 Antimony chloride oxide, 氧氯化亚锑 Antimony oxychloride, 次氯酸锑

**分子式**  $\text{SbOCl}$  **分子量** 173.20

**理化性质** 无色单斜晶体或无定形粉末。250℃开始分解为 $\text{Sb}_2\text{O}_5\text{Cl}_2$ ，320℃以上分解为氯气和五氧化二锑。遇水分解为三氧化二锑。溶于盐酸、酒石酸和二硫化碳，不溶于乙醇、乙醚和三氯甲烷。

合成方法<sup>(1,2,3)</sup>

将10份三氯化锑和7份水混合，放置数日。吸滤所生成的结晶，用乙醇及乙醚洗涤。干燥，即得成品。



将5g三氯化锑溶于10g无水乙醇，封入玻璃管中。在管式炉内缓缓加热至160℃左右，继续加热两小时，然后缓慢冷却。切破封管，结晶依次用水、乙醇洗涤，过滤后置于滤纸上干燥，为成品。

**用途** 用于制药和锑盐生产。

**安全与贮存** 有毒，遇水分解，应防潮密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物之合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，673,1977。  
[2] [日]日本化学会编：“实验化学讲座，9，无机化合物之合成与精制”，丸善株式会社，596,1958。  
[3] IO. B. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，684,1964。

## 三 氯 化 砷

I-1(4)-0010

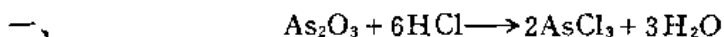
Arsenic trichloride

别名 氯化亚砷 Arsenous chloride

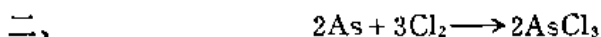
分子式  $\text{AsCl}_3$ 

分子量 181.28

**理化性质** 无色或淡黄色油状液体。相对密度 $d_{20}^{20}$ 2.163。熔点 $-8.5^\circ\text{C}$ 。沸点 $130.2^\circ\text{C}$ 。在潮湿空气中发烟。遇大量水即发生水解。溶于盐酸、氢溴酸和乙醇、乙醚等多种有机溶剂。可溶解硫、磷、油等。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>

取200g三氧化二砷置于带有搅拌器的2L三口烧瓶中,加入700mL浓盐酸,搅拌下缓缓加入200mL浓硫酸(以除去反应中产生的水,使反应顺利向右进行)。生成的三氯化砷沉于烧杯底部。加热蒸馏,收集 $90\sim 107^\circ\text{C}$ 的馏分。馏出液冷却后分层,上层为盐酸层,下层为三氯化砷,用分液漏斗分离。产量150mL,纯度为99.999%。收率89%。



将金属砷置于曲颈甑中,通入干燥氯气,生成三氯化砷后,加热蒸馏,收集于烧瓶中。为除去三氯化砷中溶解的氯,可加入少量砷粉进行再蒸馏。收率90%以上。

**用途** 用作瓷器上的上光剂、医药试剂、分析试剂、催化剂。用于制备高纯砷及有机砷化物的原料。

**安全与贮存** 有毒,有强烈的刺激性和脂溶性。对粘膜和皮肤有浸蚀作用。易燃。密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》,第一卷,化学工业出版社,168,1983。  
〔2〕 IO. B. 卡尔雅金等著,于忠等译:《无机化学试剂手册》,中国工业出版社,466,1964。

## 氯 化 亚 金

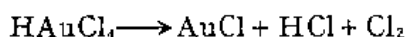
I-1(4)-0011

Aurous chloride

分子式  $\text{AuCl}$ 

分子量 232.42

**理化性质** 淡黄色结晶。相对密度7.4,  $170^\circ\text{C}$ 开始分解,在 $289^\circ\text{C}$ 以上分解为金和氯。溶于水并分解。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>

取5~10g金溶于王水中。在水浴中真空蒸出溶剂。并从毛细管通入二氧化碳,使微微鼓泡。然后按同样方法用浓盐酸赶硝酸两次。将残留的深红棕色熔融物倒入皿内冷却结晶。将结晶在 $100^\circ\text{C}$ 下真空加热至无气体逸出,此时氯金酸再次液化。(小心喷溅!)至所有的水分全部除去后,再升温至 $156^\circ\text{C}$ (用沸腾的溴代苯作加热介质)使其分解,得氯化亚金。

**用途** 用作光谱分析试剂。

**安全与贮存** 人体与其长期接触可发生过敏性皮炎。密封贮于玻璃瓶内。

## 参 考 文 献

- [1] Z. Anorg. Allg. Chem., 148, 192, 1925.  
 [2] G. Brauer, "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 927, 1962.

## 氯化钡

I-1(4)-0012

Barium chloride

分子式  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 244.28

理化性质 白色结晶或结晶性粉末。易吸潮。相对密度  $d_4^{20}$  3.097。113℃失去结晶水。无水盐的熔点 963℃。溶于水。不溶于乙醇和乙醚。水中溶解度:

| t, °C               | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| $\text{BaCl}_2$ , % | 24.0 | 26.3 | 28.9 | 31.3 | 34.4 | 37.0 |

提纯方法<sup>[1,2]</sup>

一、将665g工业氯化钡 ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于1500mL热水中, 加入30~40mL3%氢氧化钡溶液和25mL硫化铵溶液。于20~30分钟内将混合物加热至80~90℃, 放置并过滤。将滤液蒸发至相对密度为1.33 (30℃), 冷却。用布氏漏斗吸滤析出的结晶, 用少量冷水洗涤, 于室温下干燥。产量100~120g (分析纯)。蒸发母液, 还可得80~85g产品, 总产量190~200g。

二、将0.5g EDTA钠盐加入到含有100g氯化钡(分析纯)的溶液中, 加入氨水将pH调到6.5~7.5。过滤, 在石英杯中蒸发至出现结晶膜。冷却, 结晶。所得产品纯度很高, 铁和重金属含量不高于 $1 \cdot 10^{-5}\%$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ 和 $\text{Sr}^{2+}$ 在 $3 \cdot 10^{-4}\%$ 以下。

用途 用作分析试剂, 硫酸盐和硒酸盐的测定。脱水剂。用于电子、仪表、冶金工业。

安全与贮存 有毒。对豚鼠静脉注射  $\text{LD}_{50}$  19.2mgBa/kg。钡盐对心脏有强烈而持久的刺激作用, 严重者可出现全身瘫痪。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 72, 1974.  
 [2] 天津化工研究院编: 《化工产品手册, 无机化工产品》, 化工出版社, 26, 1982。

## 高氯酸钡

I-1(4)-0013

Barium perchlorate

别名 过氯酸钡

分子式  $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ 

分子量 336.24

理化性质 白色粒状粉末。相对密度3.2。熔点505℃。易溶于水和乙醇。有强吸湿性和氧化性。水中溶解度:

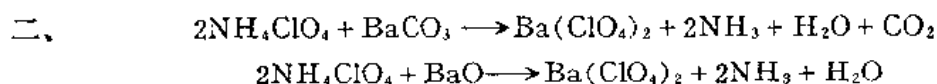
| t, °C                           | 0    | 20   | 40   | 60 | 80   | 100  | 120  | 140  |
|---------------------------------|------|------|------|----|------|------|------|------|
| $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ , % | 67.3 | 74.3 | 78.2 | 81 | 83.2 | 84.9 | 86.6 | 88.3 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>

用碳酸钡与高氯酸或氢氧化钡与高氯酸铵在水溶液中反应, 均可制得高氯酸钡。常温下



由水溶液中得到的是三水合盐。在减压条件下,用浓硫酸干燥,可得一水合盐。于260℃干燥数小时,即得无水盐。



直接用纯的固体高氯酸铵和按化学计量的固体碳酸钡(或氧化钡)于球磨机中粉碎后,于 $250 \pm 5^\circ\text{C}$ 分解,若用氧化钡则在 $160 \pm 5^\circ\text{C}$ 分解,可得高氯酸钡。

**用途** 用作干燥剂及脱水剂。

**安全与贮存** 有毒。有强氧化性,与可燃物接触能发生爆炸。应防潮、密封保存,远离易燃物或有机物。

## 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编:“实验化学讲座,9,无机化合物之合成と精制”,丸善株式会社,188,1958。  
〔2〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座,8,无机化合物之合成(Ⅱ)”,丸善株式会社,627,1977。

## 氯化铍

I-1(4)-0014

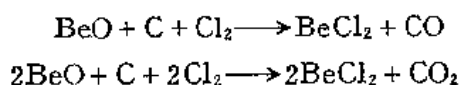
Beryllium chloride

分子式  $\text{BeCl}_2$ 

分子量 79.92

**理化性质** 无色针状或块状结晶。易潮解。相对密度 $d^{25}_4$  1.899。熔点 $405^\circ\text{C}$ 。沸点 $520^\circ\text{C}$ 。极易溶于冷水,水溶液呈强酸性,在热水中分解;易溶于乙醇、乙醚和吡啶;微溶于苯、三氯甲烷和二硫化碳;不溶于氨水和丙酮。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将150g氧化铍和75g活性炭(或糖炭)用少量水混合,调成面团状。放入装有进气和排气导管两端密封的石英管中部,置于电炉内。缓缓加热至 $300^\circ\text{C}$ 左右,充分脱去水分后,升温至约 $900^\circ\text{C}$ ,以120泡/分的流速通入干燥的氯气。生成的氯化铍在石英管冷却的一端凝结。收集结晶得到氯化铍。

**用途** 用于铍盐制备。有机反应催化剂。

**安全与贮存** 剧毒。对大鼠腹腔注射 $\text{LD}_{50} 4.4\text{mg/kg}$ 。防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座,8,无机化合物之合成(Ⅱ)”,丸善株式会社,676,1977。

## 三 氯化铋

I-1(4)-0015

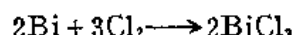
Bismuth trichloride

别名 氯化铋 Bismuth chloride

分子式  $\text{BiCl}_3$ 

分子量 315.34

**理化性质** 白色或黄色潮解性结晶,有氯化氢气味。相对密度 $d^{25}_4$  4.75。熔点约为 $230 \sim 232^\circ\text{C}$ 。沸点 $447^\circ\text{C}$ 。约在 $430^\circ\text{C}$ 升华。遇水或含水乙醇分解成氯氧化铋( $\text{BiOCl}$ )。溶于盐酸、硝酸、无水乙醇、丙酮、乙酸乙酯等。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

在玻璃管中放入铋，有两个分别通入纯氮和氯气的管子与其连接，将玻璃管置于电炉中加热。在加热前先通入纯氮排除空气并干燥设备，然后通入氯气并升温直至反应开始，生成的氯化铋升华并冷却凝结于接受器中，反应終了1小时后停止通入氯气，用氮气排出氯气。所得氯化铋应迅速装入容器中密封。本品可用升华法提纯。

**用途** 用于制备其它铋盐及有机反应催化剂。

**安全与贮存** 防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 552, 1960.  
 [2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(II)", 丸善株式会社, 678, 1977.

## 三 氯 化 硼

I-1(4)-0016

Boron trichloride

**别名** 氯化硼 Boron chloride

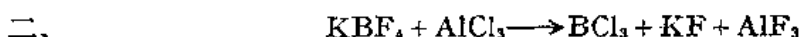
**分子式**  $\text{BCl}_3$

**分子量** 117.17

**理化性质** 无色发烟液体。相对密度 $d_4^{20}$ 1.349。熔点 $-107.3^\circ\text{C}$ 。沸点 $12.5^\circ\text{C}$ 。遇水或乙醇分解。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

在烧瓶中装入67g(0.5mol)无水三氯化铝并在加热下导入三氯化硼气体，所生成的三氯化硼导入一个V形管中冷却（用液氮冷凝至 $-80^\circ\text{C}$ ）。将粗品与少量Hg振荡后重新冷凝。得产品47g。



在烧瓶中将133.3g无水三氯化铝和62g氟硼酸钾混匀，用油浴加热4小时，缓慢将温度由 $150^\circ\text{C}$ 升至 $170^\circ\text{C}$ 。所生成的三氯化硼随之被蒸馏出去，同上法一样，在V形管中冷却。再蒸馏一次，得纯品。产量30g，产率52%。

**用途** 用于高纯硼和有机硼化物的制取、半导体掺杂源及有机合成的催化剂。

**安全与贮存** 本品有毒及腐蚀性，受热分解出有毒气体。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 694, 1962.  
 [2] 日本化学会编，曹惠民等译: 《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，185，1983。

## 氯 化 镉

I-1(4)-0017

Cadmium chloride

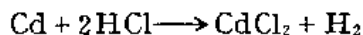
**分子式**  $\text{CdCl}_2 \cdot 2\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 228.35

**理化性质** 白色结晶。有风化性。相对密度 3.327。熔点 568℃ (无水盐)。易溶于水, 溶于醇, 不溶于乙醚和丙酮。水中溶解度:

|                                                              |      |      |      |
|--------------------------------------------------------------|------|------|------|
| t, °C                                                        | 0    | 20   | 100  |
| $\text{CaCl}_2 \cdot 2 - \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}, \%$ | 47.3 | 52.7 | 60.0 |

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



将 30mL 相对密度为 1.19 的盐酸置于瓷皿中, 在通风橱内分次少量加入 12g 粒状金属镉。反应停止后, 加热至 40~60℃, 此时仍有少量镉残留。倾出溶液, 并向溶液中加入 2~3mL 3% 过氧化氢。煮沸, 用稍过量的碳酸镉中和游离酸。再将溶液加热至 80~90℃。静置, 滤去过剩的碳酸镉和氢氧化铁沉淀。滤液用盐酸酸化至对刚果红呈弱酸性, 然后蒸发至呈现结晶薄膜, 冷却至 15~20℃。吸滤, 沉淀在低于 33℃ 的温度下干燥。产物为水合氯化镉 ( $\text{CdCl}_2 \cdot 2 - \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ )。

如制取无水氯化镉, 可将 53.5g 氯化铵和 228g 水合氯化镉 ( $\text{CdCl}_2 \cdot 2 - \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ ) 的浓溶液混合, 蒸发。吸滤所得白色针状结晶的复盐 ( $\text{CdCl}_2 \cdot \text{NH}_4\text{Cl}$ ), 于硫酸干燥器中干燥后, 再于干燥的氯化氢气流中在 600℃ 下加热, 直至停止放出氯化铵为止, 余下熔融的氯化镉, 冷却后凝成结晶。

**用途** 用作微量分析过氧酸盐和吡啶碱的试剂。用于照相、印染、电镀等工业。

**安全与贮存** 有毒, 大鼠口服  $\text{LD}_{50}$  为 88mg  $\text{CdCl}_2/\text{kg}$ 。

#### 参 考 文 献

[1] [日]日本化学会编: “新实验化学讲座8, 无机化合物之合成(II)”, 丸善株式会社, 938, 1977。

[2] IO. B. 卡尔雅金等著, 于忠等译: 《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 204, 1964。

#### 无 水 氯 化 钙

I-1(4)-0018

Calcium chloride, anhydrous

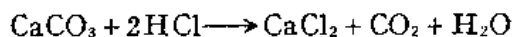
**分子式**  $\text{CaCl}_2$

**分子量** 110.99

**理化性质** 白色立方晶体。相对密度  $d_4^{20}$  2.15。熔点 782℃。沸点高于 1600℃。易溶于水并放出大量热; 溶于乙醇、丙酮和乙酸。水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|
| t, °C               | 20   | 60   | 80   | 140  |
| $\text{CaCl}_2, \%$ | 42.7 | 57.8 | 61.4 | 65.6 |
|                     | 六水合物 |      | 二水合物 |      |

#### 合成方法<sup>[1]</sup>



将 100g 碳酸钙于搅拌下加到 600mL 12% 的盐酸中。过滤, 滤液在水浴上加热浓缩至留有少量溶液, 室温下放置。析出的晶体为六水合物。用玻璃砂芯漏斗吸滤, 并于滤纸上干燥。产量约 150g。将滤液再浓缩还可以得到少量结晶。

六水合物在 200℃ 干燥脱水, 约 800℃ 时熔融即得无水氯化钙。

**提纯方法<sup>[2]</sup>** 将 3000g 工业氯化钙溶于 4.5~5L 水中, 加入 30mL 相对密度为 1.10 的盐酸,

## 三 氯化 铈

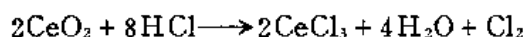
I-1(4)-0020

Cerium trichloride

别名 氯化亚铈 Cerous chloride

分子式  $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 372.59

理化性质 无色或黄色结晶, 有杂质存在时呈玫瑰色。易潮解。无水盐的相对密度 $d_4^{25}$ 3.92。熔点 $848^\circ\text{C}$  (无水盐)。易溶于水和醇。 $90^\circ\text{C}$ 以上开始失水,  $230^\circ\text{C}$ 变为无水盐。合成方法<sup>(1,2,3)</sup>

取二氧化铈350g于烧杯中, 加入100mL水及680mL 36%的盐酸, 加热溶解 (在通风橱中), 有氯气逸出。反应完毕, 溶液应呈中性或弱酸性。过滤, 蒸发滤液至浓稠状并有发泡现象为止。冷却至室温, 吸滤, 结晶在低温下减压干燥。

合成本品也可用三氧化二铈、氢氧化铈(Ⅲ)、氢氧化铈(Ⅳ)等代替二氧化铈。

用途 用作分析试剂、催化剂。用于铈盐制造。

安全与贮存 有毒, 对鼠类 $\text{LD}_{50}$  352.11mg/kg。防潮、密封贮存。

## 参 考 文 献

- [1] Kleinheksel, Kremers: *J. Am. Chem. Soc.*, 50, 959(1928).
- [2] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. V, Longmans, Green and Co., 639(1956).
- [3] [日]日本化学会编: "实验化学讲座, 9, 无机化合物之合成と精制", 丸善株式会社, 219, 1958.

## 三 氯化 铬

I-1(4)-0021

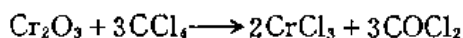
Chromium trichloride

别名 氯化铬 Chromic chloride

分子式  $\text{CrCl}_3$ 

分子量 158.35

理化性质 紫色有光泽的六角形片状晶体。 $950^\circ\text{C}$ 升华,  $1300^\circ\text{C}$ 以上解离。相对密度 $d_4^{25}$  2.87。在水、酸及有机溶剂中的溶解速度极慢, 但加入痕量 (如 $1 \times 10^{-6}\%$ ) 的 $\text{CrCl}_2$ 或在湿润剂的帮助下可加快在水、醇中的溶解速度。

合成方法<sup>(1)</sup>

将4.5~6g 氢氧化铬(Ⅲ)分放入几支瓷舟中, 瓷舟置于一根长100cm、内径为25cm的厚壁玻璃管内, 其位置约在玻璃管进入管式炉(30cm长)的中心处。先通入经硫酸洗瓶干燥的氯气约半小时, 排出反应管内的空气。然后由氮气带入四氯化碳 (氯气先后经间苯二酚、硫酸、五氧化二磷干燥), 其流速为80~120个气泡/秒。同时将管式炉温度维持在 $475 \sim 500^\circ\text{C}$ 之间。这样, 既不使氯化铬升华, 又能使杂质从氯化铬中升华出去。当炉温升至 $110 \sim 115^\circ\text{C}$ 时, 由于氧化物脱水将水凝结在管内。当温度升至 $300^\circ\text{C}$ 时, 则有氯代烃沉积于管壁上。至约 $450^\circ\text{C}$ 时, 在炉外管壁上出现深棕色物质。经4小时反应完毕, 关闭氯气, 使氯气以60~80个气泡/秒通入。同时用煤气灯烘烤管式炉外的反应管以赶出挥发物杂质。

当炉温冷却到 $300 \sim 350^\circ\text{C}$ 时, 停止通氯, 改通氮气直至室温为止。用玻璃棒将管内的紫

色结晶推出, 密封贮存, 即三氯化铬成品。

用途 用作催化剂、防腐剂、媒染剂。用于无机合成。

### 参 考 文 献

- [1] A. Vavoulis et al.; "Inorganic Syntheses", Vol. 6, 129, 1960.

### 氯 化 钴

I-1(4)-0022

Cobaltous chloride

别名 氯化亚钴; 二氯化钴

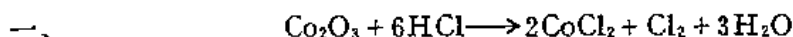
分子式  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

分子量 237.93

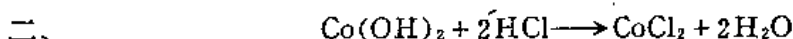
理化性质 红色或紫红色结晶。有潮解性。相对密度  $d_{44}^{25}$  1.924。熔点  $86^\circ\text{C}$ 。  $110^\circ\text{C}$  失去全部结晶水。易溶于水; 溶于乙醇 (其饱和乙醇溶液相对密度为 0.792, 含有 23.7%  $\text{CoCl}_2$ )、丙酮; 微溶于乙醚。水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, $^\circ\text{C}$ | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{CoCl}_2$ , % | 30.3 | 34.6 | 41.0 | 48.4 | 49.4 | 51.5 |

### 合成方法<sup>[1]</sup>



在 1L 盐酸 (相对密度 1.19) 中加入 400mL 水。在搅拌下逐渐加入 120g 三氧化二钴, 在水浴上加热并分次再加入 230g 三氧化二钴。过滤, 滤液中加入 10mL 盐酸。蒸发溶液至出现结晶膜, 冷却, 吸滤结晶, 于  $35\sim 45^\circ\text{C}$  干燥, 得成品。



向新制取的氢氧化钴中加入相对密度为 1.19 的盐酸至溶液呈弱酸性反应。过滤, 蒸发滤液至相对密度为 1.46~1.47, 冷却结晶, 抽干, 干燥, 得成品。

用途 用作分析试剂、氨吸收剂。用于锌的微量分析。

包装与贮存 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 208, 1974.

### 氯 化 铜

I-1(4)-0023

Cupric chloride

别名 氯化高铜 Copper chloride

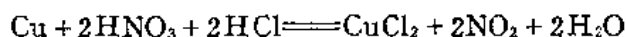
分子式  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

分子量 170.48

理化性质 蓝绿色结晶。相对密度 2.54。熔点约  $100^\circ\text{C}$ 。在湿空气中潮解, 但在干燥空气中易风化。易溶于水、乙醇和甲醇。水溶液呈弱酸性。热至  $110^\circ\text{C}$  失去结晶水。在水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, $^\circ\text{C}$ | 0    | 19   | 39.9 | 61.2 | 82.0 | 96.1 |
| $\text{CuCl}_2$ , % | 40.7 | 42.1 | 44.7 | 46.7 | 49.8 | 52.0 |

### 合成方法<sup>[1]</sup>



在瓷皿中加入 135mL 水及 140mL 盐酸 (相对密度 1.19), 43mL 硝酸 (相对密度 1.40)。

热至80~90℃, 过滤, 在所制得的氯化亚铁溶液中通入氯气直至全部氧化为氯化高铁(用高铁氰化钾检验试液不应生成蓝色沉淀)。将溶液置于瓷皿中于90~95℃蒸发至相对密度为1.659, 冷却, 不时搅拌。必要时可加入晶种。吸滤出结晶( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )置于磨口瓶中保存。产量500 g, 产率66%。

**用途** 用作分析试剂, 微量分析测定钾、铯、锡、硒、钒、硫等。也用作电子器件腐蚀剂。

**安全与贮存** 避光、防潮、置阴凉处密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 108, 1974.

### 无水氯化铁

I-1(4)-0026

Ferric chloride, anhydrous

**别名** 无水三氯化铁 Iron trichloride, anhydrous; 无水氯化高铁

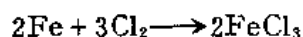
**分子式**  $\text{FeCl}_3$

**分子量** 162.21

**理化性质** 棕黑色或红色片状六方形晶体。相对密度 $d_4^{20}$  2.90。300℃时熔融并挥发。沸点约为315℃。高温时分解为氯化亚铁及氯。易潮解。与湿空气接触, 易转化成黄棕色的六水合物。溶于水、三溴化磷、三氯氧磷及有机溶剂。能与乙醇、乙醚、酮、吡啶、苯甲腈等形成复合物。水中溶解度:

|       |      |      |      |      |      |      |
|-------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C | 0    | 20   | 35   | 60   | 80   | 100  |
| %     | 42.7 | 47.9 | 73.8 | 78.8 | 84.0 | 84.3 |
|       | 六水合物 |      | 二水合物 |      | 无水合物 |      |

**合成方法** <sup>(1,2,3,4)</sup>



三氯化铁可由金属铁在干燥氯气流中燃烧而制得。仪器装置如图1(4)-1。

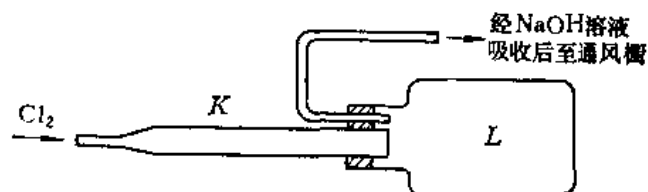


图 1(4)-1 制取无水三氯化铁的装置

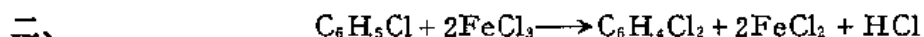
合成前应将硬质玻璃燃烧管K及带磨口的广口瓶L于125℃充分干燥。在燃烧管K中放入预先在110℃干燥过的36号铁丝70 g(铁丝过细则反应过于激烈)。用经硫酸及五氧化二磷干燥过的氯气置换仪器中的空气。

将燃烧管慢慢加热, 反应随即开始, 三氯化铁很快地充满了燃烧管并向广口瓶L中升华。反应完全后取下燃烧管K立即用磨口玻璃塞将L盖住。产量200 g, 产率将近100%。

三氯化铁可在弱氯气流中经升华而提纯。

**用途** 用于光刻、照相、其它铁盐制备。用作有机反应催化剂, 色谱分析试剂, 薄层色谱显色剂、砷、铯、硒(IV)、钒(V)、硫氰酸根、铁氰酸根等的微量分析。

当释放氯化氢的速度减慢, 氯化铁变成白色结晶时, 表示反应完毕。停止加热, 并在弱氢气流中使管中产物降至室温, 将反应管封闭存放。



在装有温度计、高效搅拌器和冷凝器的三口烧瓶内放入 225 g (2 mol) 氯代苯和 162 g (1 mol) 化学纯的无水三氯化铁。快速搅拌混合物, 并在 30 分钟内加热到 126°C, 此时黑色浆液变为浓稠。保持在 128~139°C 反应 2 小时, 混合物颜色逐渐变为浅褐, 且粘度变小。继续加热 1 小时, 赶走残留的氯化氢。滤出固体并用氯仿或苯多次洗涤后, 真空干燥, 即得成品。

**用途** 用于冶金、医药制造。用作媒染剂及还原剂。

**安全与贮存** 避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2. umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1113, 1954.
- [2] Ю. Б. 卡尔雅金等著, 于忠等译: 《纯化学试剂》上册, 高等教育出版社, 208, 1955.
- [3] P. Kovacs and N. O. Brace: "Inorganic Syntheses", Vol. 8, 172, 1960.

### 四 氯 化 锗

I-1(4)-0029

Germanium tetrachloride

**别名** 氯化锗 Germanium chloride

**分子式**  $\text{GeCl}_4$

**分子量** 214.40

**理化性质** 常温下为无色液体。相对密度  $d_4^{20}$  1.8443。熔点 -49.5°C。沸点 84°C。遇水分解。易溶于稀盐酸; 溶于乙醇和乙醚; 不溶于浓盐酸及浓硫酸。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将二氧化锗置于圆底烧瓶中, 通过磨口与螺旋形回流冷凝器相连接, 冷却液通入螺旋管内。冷凝器上端装一分液漏斗及一毛细管, 以使反应体系与大气相通。从分液漏斗中滴加浓盐酸, 同时用水浴加热烧瓶, 生成的氯化锗为挥发性液体 (用 0°C 左右的氯化钙溶液通入回流冷凝管令其冷却)。



将金属锗放在石英管中, 加热至 500~600°C, 通入干燥氯气, 可制得氯化锗。

**用途** 用于制备半导体锗的原料。

**安全与贮存** 有腐蚀性。刺激皮肤、粘膜及眼睛。慎勿与人体接触。密封保存于安瓿中。

### 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译: 《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 182, 1983.

### 三 氯 化 铟

I-1(4)-0030

Indium trichloride

**别名** 氯化铟 Indium chloride

**分子式**  $\text{InCl}_3$

**分子量** 221.18

**理化性质** 白色有光泽的片状结晶。相对密度 $d_4^{25}$ 3.46。熔点586℃。600℃升华。在空气中易潮解。极易溶于水；微溶于乙醇和乙醚。

#### 合成方法<sup>[1]</sup>



将3.7 g 氧化铟与8 mL (过量2~3倍) 亚硫酸氯封在直径9 mm 壁厚3 mm 的玻璃反应管内, 于300℃加热数小时。待反应完全后, 用冰盐冷却至-10℃。打开玻璃管, 使二氧化硫在室温下挥发后, 置于水浴上, 在约80℃蒸馏除去未反应的亚硫酸氯。得到的氯化铟用升华法提纯。



将金属铟置于干燥的石英管中, 通入经充分干燥的氯气, 并加热至150~300℃。氯化开始时反应激烈, 发出青白色光辉。随着反应的进行逐渐形成熔盐, 最后生成有金属光泽的片状三氯化铟, 于600℃升华。升华过程中通入含少量氯气的氮气或二氧化碳气流, 最后通入不含氯气的二氧化碳, 冷却。得到纯度较高的氯化铟结晶。

**用途** 用于电镀业及铟盐制备。

**安全与贮存** 有毒。对兔静脉注射MLD0.64 mg/kg。防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 653, 1977。

### 一 氯 化 碘

I-1(4)-0031

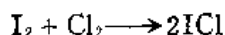
Iodine monochloride

**分子式** ICl

**分子量** 162.36

**理化性质** 黑色结晶或棕红色液体。液态时相对密度3.10 (29℃)。固态时有两种变体。 $\alpha$ -ICl稳定, 黑色或红宝石色针状晶体。熔点27.19℃。相对密度3.18 (20℃);  $\beta$ -ICl不稳定, 棕红色片状晶体。熔点13.92℃。沸点97.4℃。100℃分解。相对密度 $d_4^{20}$ 3.24。可溶于水、乙醇、乙醚、二硫化碳及盐酸。

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



一、在一称重并浸在干冰乙醚冷却剂内的500 mL 烧瓶中, 通入干燥的氯, 使其冷凝为约300 mL 的液态氯 (在-34℃的相对密度为1.557), 液氯重约468 g。另准确称量837 g 碘加入烧瓶中, 反应物为固体。将烧瓶自冷却剂中取出, 过量氯即蒸发 (应使蒸出的氯在另一浸泡在干冰乙醚冷却剂的烧瓶内冷凝回收)。待过量氯逸出后, 将烧瓶及产物一同称量即可算出参与反应的氯的量。因有三氯化碘生成, 所以氯的消耗量比理论量大, 应再加入与过量氯等当量的碘, 用玻璃塞将瓶塞住, 在室温放置24小时以上即得一氯化碘产品。

二、在一密封的曲颈瓶中使干燥的氯在已干燥的碘上通过, 直到固体完全液化, 也可制得一氯化碘。

**用途** 用于脂肪及油类的碘值的测定、有机合成及无机合成。

**安全与贮存** 对橡胶及皮肤有强侵蚀性。贮于棕色磨口玻璃瓶中。



石英管加热至600℃,同时用阳光直接照射石英管或用燃烧的镁带照射。在此条件下氯化约15分钟,得成品。

**用途** 用作氯化反应和聚合反应的催化剂。

**安全与贮存** 避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1936, 1962.

### 氯 化 镧

I-1(4)-0034

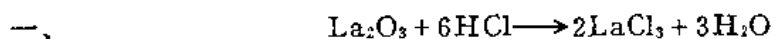
Lanthanum chloride

**分子式**  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 371.38

**理化性质** 白色结晶。在91℃熔融并分解。有吸湿性。极易溶于水、乙醇和酸溶液。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将氧化镧按计算量溶解于盐酸溶液中,置于水浴上加热浓缩至析出结晶。过滤,干燥。必要时进行重结晶,得成品。



将1mol氧化镧与12mol氯化铵充分粉碎后混合,于300~350℃加热。反应进行时,部分反应物溶于水。至溶液完全透明时,表明反应已完全。将所得产物于300~350℃,用泵减压处理,以除去残留氯化铵与水。可得无水氯化镧。

**用途** 用作分析试剂、石油加工催化剂的原料。用于制备金属镧。

**安全与贮存** 有毒。对大鼠腹腔注射 $\text{LD}_{50}$ 300mg/kg。防潮,密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(II)”,丸善株式会社, 687, 1977.

### 无 水 氯 化 锂

I-1(4)-0035

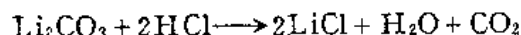
Lithium chloride, anhydrous

**分子式**  $\text{LiCl}$

**理化性质** 白色立方结晶或粉末,易潮解。相对密度 $d_{25}^{25}$ 2.07。熔点605℃。沸点约1360℃。溶于水、乙醇、丙酮等。水溶液呈中性或微碱性。水中溶解度:

|         |      |      |       |      |      |      |      |
|---------|------|------|-------|------|------|------|------|
| t, °C   | 0    | 10   | 25    | 40   | 60   | 80   | 100  |
| LiCl, % | 40.9 | 42.7 | 45.86 | 47.3 | 49.6 | 52.8 | 56.2 |

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



于42mL相对密度为1.19的分析纯盐酸中,逐渐加入23~25g纯碳酸锂,并保持碳酸锂过量。反应完毕后过滤。蒸发滤液至析出大部分结晶。冷却。迅速吸滤浓稠状结晶,产量40g,产率约85%。

**用途** 用于烟火制造、焊接及致冷。

**安全与贮存** 本品属低毒类。小鼠经口 $\text{LD}_{100}$ 3g/kg。有局部刺激作用。应密封贮存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 414, 1964。  
 〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 216, 1974.

## 氯化镁

I-1(4)-0036

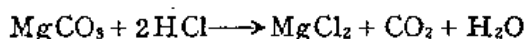
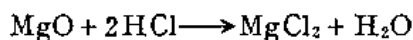
Magnesium chloride

分子式  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 203.30

理化性质 无色结晶。易吸潮。相对密度1.569。熔点118℃ (迅速加热) 并分解。100℃时失去2分子结晶水。110℃开始分解出氯化氢。溶于水和乙醇。水中溶解度:

|                       |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                 | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| MgCl <sub>2</sub> , % | 34.5 | 35.3 | 36.5 | 37.9 | 39.8 | 42.2 |

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

将100 g 工业菱镁矿 (也可用氧化镁或碳酸镁) 加到100 mL水中。混合后缓缓加入420 mL相对密度1.19的盐酸。反应完全后, 溶液应对酚酞呈弱碱性, 否则必须再加少量菱镁矿。在溶液中加入0.5 mL硫酸和20 mL饱和硫化氢水溶液。放置过夜, 过滤, 取少量滤液加硫氰酸铵应不产生红色 (即不含 $\text{Fe}^{3+}$ )。否则应再加入1~2 g 菱镁矿, 搅拌后放置数小时。将完全不含 $\text{Fe}^{3+}$ 的溶液加热至沸, 加7~12 mL 10%氯化钡溶液, 用以沉淀 $\text{SO}_4^{2-}$ 。煮沸半小时后, 检验滤液中是否有 $\text{SO}_4^{2-}$ , 必要时再加入少量氯化钡直到 $\text{SO}_4^{2-}$ 沉淀完全为止。再检验有无 $\text{Ba}^{2+}$ , 必要时可加入少量碳酸镁沉淀除去。过滤。滤液用盐酸中和至对石蕊呈中性。加热至80~90℃使滤液浓缩至相对密度1.33~1.35。再过滤, 冷却, 抽滤吸出的结晶。产量140~160 g。

用途 用作分析试剂、防火剂。用于医药工业。

安全与贮存 属低毒类。对大鼠静脉注射 $\text{LD}_{50}$  176 mg/kg。应防潮密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 221, 1974。  
 〔2〕 [日]日本化学会编: "新实验化学讲座", 8, 无机化合物的合成 (I), 丸善株式会社, 581, 1977。

## 无水氯化镁

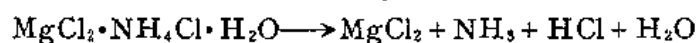
I-1(4)-6037

Magnesium chloride, anhydrous

分子式  $\text{MgCl}_2$ 

分子量 95.21

理化性质 无色结晶。易潮解。相对密度2.316~2.33。熔点714℃ (迅速加热)。沸点1412℃。溶于水和乙醇。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

将200 g 六水合氯化镁与55 g 氯化铵混合, 再加少量水, 微热使之溶解。在砂浴上, 用玻璃棒在搅拌下加热, 析出白色结晶。冷却后取出, 置于乳钵中研碎。在110℃干燥12小时,

得到一水合氯化铵镁。迅速研碎，放入瓷坩埚中。坩埚置于减压加热炉中，减压下升温至约200℃，开始脱水，300~400℃分解。实际操作温度为400℃左右，加热3小时。冷却后通入干燥空气。坩埚中的生成物为无水氯化镁。产量约80g。

**用途** 用作分析试剂。用于制药工业。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 221, 1974.  
〔2〕 〔日〕日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 581, 1977。

### 高 氯 酸 镁

I-1(4)-0038

Magnesium perchlorate

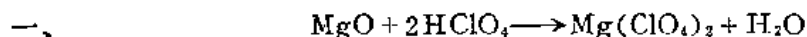
**别名** 过氯酸镁

**分子式**  $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

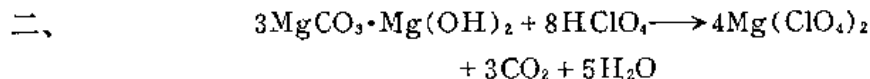
**分子量** 331.31

**理化性质** 白色结晶。有潮解性。相对密度1.98。熔点185~190℃。溶于水 和乙醇。有氧化性。

**合成方法** <sup>〔1,2〕</sup>



将30%高氯酸溶液置于烧杯中，在搅拌下，分次少量加入氧化镁至饱和。用玻璃砂芯漏斗过滤，除去过量的氧化镁。缓缓滴加高氯酸溶液，中和至溶液对刚果红呈弱酸性。加热浓缩至表面开始出现结晶薄膜。冷却，用不加滤纸的布氏漏斗过滤，得到针状结晶。将结晶溶于热水中，重新浓缩至表面开始出现结晶薄膜为止，冷却，结晶即得成品。



将45mL61%高氯酸注入45mL水中，在搅拌下，分次少量加入三水合碱式碳酸镁共18g。待二氧化碳不再产生后，过滤除去不溶物。滤液于水浴上加热浓缩至原有体积的1/3时。室温下冷却，数小时后过滤析出的结晶，用少量水洗涤，于室温下自然干燥。产量约45g。

**用途** 用作气体干燥剂及氧化剂。

**安全与贮存** 有毒。刺激皮肤、粘膜。有氧化性，与还原物接触易引起燃烧或爆炸。于阴凉处防潮，密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 222, 1974.  
〔2〕 〔日〕日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 583, 1977。

### 无水高氯酸镁

I-1(4)-0039

Magnesium perchlorate, anhydrous

**别名** 无水过氯酸镁; Anhydron; Dehydrite

**分子式**  $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$

**分子量** 223.20

**理化性质** 白色多孔粒状物或层状物。有强烈吸水性。相对密度  $d^{18}_4$  2.21。在 251℃ 熔融并分解。极易溶于水；溶于乙醇。有氧化性。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup> 将六水合高氯酸镁置于瓷皿中，在电炉上加热。在 145~147℃ 时，结晶溶解于自身的结晶水中。随着水分的蒸发，凝固为多孔状的三水合物，此时应激烈搅拌，同时将温度升高至 170~200℃（勿超过 230℃），使水合物再熔融，保持此温度 1~2 小时。冷却后研成直径为 3~4mm 的颗粒，放入圆底烧瓶中。烧瓶经过氯化钙干燥塔并与油泵相连接，减压至 0.1mmHg 时，加热至 170℃。经 2~3 小时即得无水高氯酸镁。

**用途** 用作气体高效干燥剂及催化剂。

**安全与贮存** 刺激皮肤、粘膜。与还原物接触易引起燃烧或爆炸。密封于安瓿中保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 222, 1974.  
[2] (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成 (I)", 丸善株式会社, 583, 1977.

### 氯 化 锰

I-1(4)-0040

Manganese chloride

**别名** 氯化亚锰 Manganous chloride; 二氯化锰

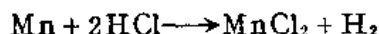
**分子式**  $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 197.91

**理化性质** 浅红色结晶。微有潮解性。相对密度 2.01。熔点 58℃。106℃ 脱 1 分子结晶水；198℃ 脱 4 分子结晶水。溶于水和乙醇；不溶于乙醚。水中溶解度：

|                     |      |      |       |       |       |      |
|---------------------|------|------|-------|-------|-------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 20   | 40    | 60    | 80    | 100  |
| $\text{MnCl}_2, \%$ | 38.8 | 42.5 | 45.96 | 52.06 | 52.98 | 53.5 |

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



将 350mL 相对密度为 1.19 的盐酸置于瓷皿中。在通风橱中，分次少量加入含锰约 75% 的锰铁粉末共 120g。待激烈反应停止后，加 420mL 水。于水浴上加热 4~5 小时。放置过液。过滤，滤液中加 15g 二氧化锰粉，搅拌至溶液中不含  $\text{Fe}^{2+}$ （可用铁氰化钾检验）。将混合物放置。抽滤，取  $\frac{1}{5}$  滤液备用。

将 122g 碳酸钠溶于 600mL 水中，加热至 60℃，注入取出的  $\frac{1}{5}$  滤液，生成碳酸锰和氢氧化铁沉淀。用倾析法洗涤沉淀至洗涤液中不含  $\text{Cl}^-$ 。过滤，将此膏状沉淀加入其余的滤液中，加热至 50~60℃。充分搅拌使铁完全沉淀（可取少量溶液，过滤后用硫氰酸铵检验）。趁热过滤，滤液加热后重新过滤。将滤液置水浴上，低于 60℃ 下浓缩至表面出现结晶薄膜。室温下放置，抽滤析出的结晶。在低于 40℃ 的条件下干燥。贮于磨口瓶中。产量 200~220g。

**用途** 用作分析试剂、催化剂。用于医药工业、染色工业及干电池的制备。

**安全与贮存** 有毒。对小鼠皮下注射 LD<sub>50</sub> 210mg/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成 (I)", 丸善株式会社, 583, 1977.  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 229, 1974.

## 无水氯化锰

I-1(4)-0041

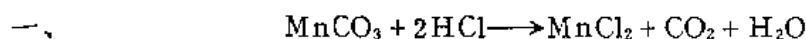
Manganese chloride, anhydrous

别名 无水氯化亚锰 Manganous chloride, anhydrous

分子式  $\text{MnCl}_2$ 

分子量 125.84

理化性质 粉红色结晶性粉末。相对密度  $d_4^{25} 2.977$ 。熔点  $650^\circ\text{C}$ 。沸点  $1190^\circ\text{C}$ 。易溶于水，溶于乙醇，不溶于乙醚和氨水。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

在常温下，将碳酸锰置于氯化氢气流中，直到不再产生二氧化碳。继续通氯化氢气，并将固体加热到暗红色，待熔融后停止加热。冷却，结晶，得无水氯化锰。

二、将四水合氯化锰置于瓷管（或耐高温的玻璃管）中，瓷管斜放在管式电炉内，管的下端在炉外的露出部分不应超过3cm。用软木塞将一个大的瓷坩埚或石墨坩埚与管子下端连接，作为接受器。

在通风条件下，用三通管将氯化氢气体分别通入管内和接受器内，直至将空气全部赶出后，将管子加热到 $700^\circ\text{C}$ ，约30分钟时，有盐酸流入接受器中。当不再有液体流出后，更换接受器并加大氯化氢的流量，熔融的无水氯化锰自管中流出，在接受器内凝成粉红色结晶。因为熔融状态的氯化锰对空气十分敏感，所以制取的氯化锰应尽快在已加热至 $150^\circ\text{C}$ 的乳钵中研碎。

用途 用作分析试剂。用于制备催化剂和油漆催干剂。

安全与贮存 有毒。对小鼠皮下注射LD<sub>50</sub>210mg/kg。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成(II)”，丸善株式会社，858，1977。  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”，Москва，Издательство «Химия》，229，1974。

## 氯化汞

I-1(4)-0042

Mercuric chloride

别名 二氯化汞 Mercury bichloride；氯化高汞；升汞

分子式  $\text{HgCl}_2$ 

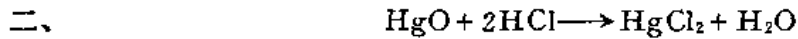
分子量 271.50

理化性质 无色斜方结晶或白色结晶性粉末。相对密度  $d_4^{25} 5.44$ 。熔点 $276^\circ\text{C}$ 。沸点 $302^\circ\text{C}$ 。溶于水、乙醇和乙醚。在空气和光的作用下，其水溶液逐渐分解为氯化亚汞、盐酸和氧。在常温下略有挥发性。水中溶解度：

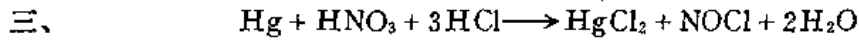
|                       |     |     |     |      |      |
|-----------------------|-----|-----|-----|------|------|
| t, °C                 | 0   | 20  | 40  | 80   | 100  |
| HgCl <sub>2</sub> , % | 3.5 | 6.1 | 7.7 | 23.1 | 38.0 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>

在 $450\sim 500^\circ\text{C}$ 下通干燥氯气于石英烧瓶中。稍待片刻后，一滴滴加入汞。在高温下汞与氯相遇，化合成氯化汞，随即升华并凝集于接收器的内壁上。用过量的氯气及纯汞可制得十分纯净的氯化汞。



将20g氧化汞与水，一起研磨成粥状，分次加入到75mL10%的盐酸中。待氧化汞溶解后，过滤。滤液浓缩至有结晶薄膜产生。放置，冷却后抽滤。晶体用冷水洗涤数次，干燥。产量约30g。



在通风橱内，将45mL相对密度1.19的盐酸加到100g汞中，微微加热后，再加入7mL相对密度1.20的硝酸。待不再放出二氧化氮气体时，加热至50~70℃约1小时。然后倾出溶液，剩余的汞中再加45mL盐酸和7mL硝酸（浓度同前），再加热1小时，倾出溶液。重复操作三次。

将所有的溶液合并，于水浴上蒸发至干。将干燥的残渣溶于10mL盐酸和200mL热水中，加2~3g氧化汞，煮沸，抽滤。滤液浓缩至约100mL时，放置冷却。抽滤析出的结晶，用10mL冰水洗涤，于20~30℃干燥。产量约120g。

**用途** 用作分析试剂、有机合成的催化剂、防腐剂和消毒剂。

**安全与贮存** 剧毒，对大鼠口服LD<sub>50</sub>为37mg/kg，对人体LD为1~2g。避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 314, 1974.  
〔2〕〔日〕日本化学会编: "新实验化学讲座, 9, 无机化合物的合成と精制", 丸善株式会社, 420, 1958.

### 氯化亚汞

I-1(4)-0043

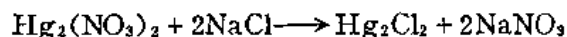
Mercurous chloride

**别名** 甘汞; 一氯化汞 Mercury monochloride

**分子式** Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> **分子量** 472.09

**理化性质** 白色有光泽结晶或重质粉末。相对密度7.150。在400℃时升华。不溶于水、乙醇和乙醚; 微溶于稀酸; 溶于王水。遇光分解, 颜色变暗。

**合成方法**〔1,2〕



将15g氯化钠溶于75~80mL水中。再将50g二水合硝酸亚汞溶于含有8mL硝酸的455mL水中。在搅拌下, 将硝酸亚汞溶液加入到氯化钠溶液中。注意不可将氯化钠溶液加到硝酸亚汞溶液中, 以避免碱式盐的生成。

析出的氯化亚汞结晶, 于暗处放置至溶液澄清后, 倾出溶液。沉淀中加入冷水。混匀后放置至澄清, 再次倾去溶液。洗至洗涤液中加入硝酸银后, 只呈轻微混浊为止。过滤, 干燥。产量为40g。

**用途** 用作分析试剂、标准电极材料及防腐剂。用于制药工业。

**安全与贮存** 有毒, 对狗经口LD<sub>100</sub>210mg/kg。避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 314, 1974.  
〔2〕〔日〕日本化学会编: "实验化学讲座, 9, 无机化合物的合成と精制", 丸善株式会社, 433, 1958.

## 五 氯 化 钼

I-1(4)-0044

Molybdenum pentachloride

别名 Molybdenum(V)chloride

分子式  $\text{MoCl}_5$ 

分子量 273.21

理化性质 暗绿色或灰黑色结晶，有吸潮性。相对密度2.928。熔点194℃。沸点268℃。易溶于水（分解）和酸。溶于乙醇和乙醚。

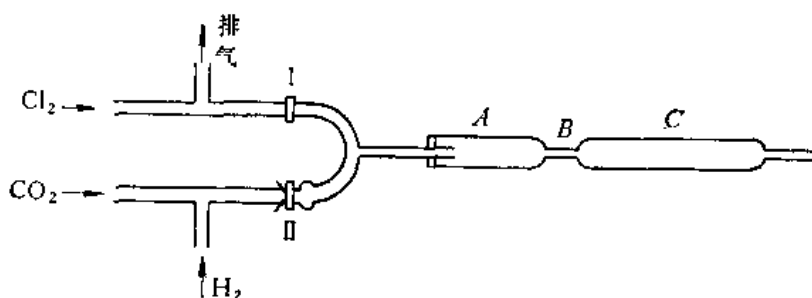
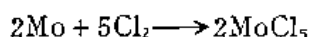
合成方法<sup>[1,2]</sup>

图 1(4)-2 制取五氯化钼的装置

仪器装置如图1(4)-2。在反应管A~B处放入6~10g钼，通入二氧化碳和氢气（二者均应不含氧并干燥），直到从洗瓶中把空气完全排除。关闭二氧化碳，使钼在氢气流中强烈燃烧1~2小时，表面氧化层被还原，所生成的水由开口C处排出。然后在氢气流中冷却。为了去掉氧化层，也可用氯化氢代替氢气，即把钼在干燥的氯化氢气流加热，直到不再有毛状升华物（ $\text{MoO}_3 \cdot 2\text{HCl}$ ）生成。该物可通过微热A—B处而去除。然后通入氯气（应不含空气并经过浓硫酸洗瓶）置换出氢或氯化氢，氯化反应随即进行。生成的五氯化钼细小晶体沉积在B~C处。关闭氯气，改通二氧化碳，让产物在二氧化碳气流中冷却。轻轻敲打反应管，将晶体装入35cm长并充满二氧化碳的管中，熔封管口。

用途 用于电子工业及氯化的催化剂。

安全与贮存 在潮湿空气中能游离出盐酸，有腐蚀性。遇氰化物有产生毒气的危险。应防潮密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer, "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2. umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1228, 1962.  
 [2] H. I. 克留乞尼科夫著，申泮文等译：《无机合成手册》，高等教育出版社，163，1957。

## 氯 化 镍

I-1(4)-0045

Nickelous chloride

别名 氯化亚镍 Nickel(II)chloride

分子式  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

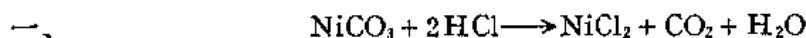
分子量 237.70

理化性质 绿色结晶或结晶性粉末，有潮解性。溶于水，水溶液呈酸性（pH约4）。溶于乙

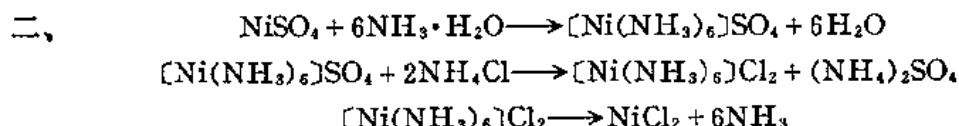
醇。其无水盐呈金黄色，易吸收氨气。水中溶解度：

|                       |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                 | 0    | 20   | 40   | 60   | 78   | 96   |
| NiCl <sub>2</sub> , % | 35.3 | 39.0 | 41.9 | 44.8 | 46.5 | 46.8 |

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



将碳酸镍溶于纯盐酸中直至饱和。过滤，蒸发滤液。然后冷却，吸滤析出之结晶即为六水合物。



取100g七水合硫酸镍(工业品)加入到200mL相对密度为0.91的氨水中。放置过夜以便氧化Fe<sup>2+</sup>。过滤，滤液表面不应形成褐色薄膜，否则再静置一夜。然后加入50g氯化铵(分析纯)，沉出镍氨络合物([Ni(NH<sub>3</sub>)<sub>6</sub>]Cl<sub>2</sub>)。吸滤结晶，用含有20g氯化铵的100mL氨水(相对密度0.91)洗涤后，移入镍皿中于450℃灼烧，并不时搅动，得分析纯无钴无水氯化镍。产量为35g。

将所得无水物溶于90mL水中，用2mL10%盐酸酸化后，再加入1~2mL3%氯化钡溶液沉淀SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>。过滤，于70~80℃蒸发滤液至形成结晶膜。冷却，可得30g六水合氯化镍结晶。蒸发母液，可再得结晶约20g。吸滤，随即置于磨口瓶中。总产量为50~53g，产率92%。



金属镍与浓盐酸直接作用可制得本品。由于镍在盐酸中的溶解速度较慢，需长时间加热保温。直至反应物呈粥状，pH达到3时，停止反应。加水溶解反应物，过滤，蒸发滤液至表面形成结晶膜。冷却，吸滤出结晶，即为成品。

用途 用于电镀镍及制造显隐墨水。

安全与贮存 防潮，密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 292, 1974.  
 [2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 892, 1977。

### 五 氯 化 磷

I-1(4)-0046

Phosphorus pentachloride

别名 Phosphoric chloride; Phosphorus perchloride

分子式 PCl<sub>5</sub>

分子量 208.24

理化性质 白色或淡黄色结晶。发烟，有刺激性气味。易潮解。气态密度4.65g/L(226℃)。162℃升华。溶于水，产生大量热并分解。溶于二硫化碳和氯代苯。

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



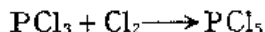
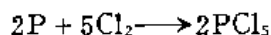
在2L厚壁广口瓶的橡皮塞上装一个滴液漏斗，漏斗上端装氯化钙干燥管。另装一个下端为漏斗形的氯气导入管和一个过剩气体排出管(中间装有氯化钙干燥管)。

将50g三氯化磷置于滴液漏斗中。缓缓通入氯气(经浓硫酸洗瓶)至充满容器。当氯气



流稳定后,按每秒钟一滴的速度滴加三氯化磷。(滴加速度过慢,生成的五氯化磷会堵塞滴管)。三氯化磷滴加完毕后,继续通入氯气5分钟以上。放置约30分钟,至瓶内氯气不再被吸收,可认为反应完毕。用瓷勺将产物取出并立即装入充分干燥过的密封玻璃瓶内,贮存在保干器中。

二、



将白磷或三氯化磷,溶于二硫化碳中,置于方法一所用的广口瓶内。通入氯气,此时首先生成三氯化磷,继续通入氯气,生成五氯化磷。反应完毕后,将反应物移入烧瓶中,于水浴上小心蒸出二硫化碳。瓶内留下五氯化磷。全部操作均应在良好的通风设备中进行。

**用途** 用作分析试剂、催化剂及氯化剂。用于制药工业、染料、化纤的制备。

**安全与贮存** 有强腐蚀性及遇水分解甚至发生爆炸。对眼及皮肤有刺激性,勿与人体接触。应放于充分干燥的玻璃瓶内,防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》第一卷,化学工业出版社,162,1983。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 373, 1974.

### 三 氯 化 磷

I-1(4)-0047

Phosphorus trichloride

**分子式**  $PCl_3$

**理化性质** 无色透明发烟液体。相对密度1.575。熔点 $-112^{\circ}\text{C}$ 。沸点 $76^{\circ}\text{C}$ 。可与乙醚、氯仿、苯和二硫化碳以任何比例相混合。能被水和乙醇所分解。

**合成方法** <sup>[1,2]</sup>

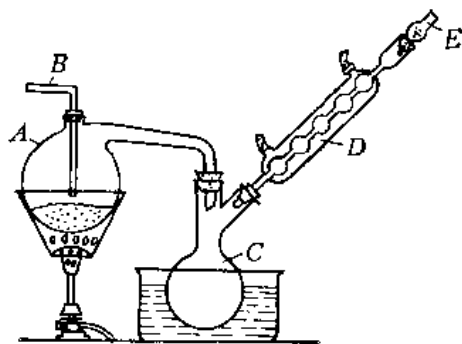
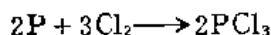


图 1(4)-3 制取三氯化磷的装置

仪器装置如图1(4)-3。A为0.5L的曲颈甑,甑的上口插入一根直径8~10mm的玻璃管B,下端距离红磷表面约3cm。甑的颈口和一个支管烧瓶C相连。支管向上斜出,二管间的倾角为 $45^{\circ}$ 。烧瓶支管连接一回流冷凝器D,D上装有氯化钙管E,以防潮气进入。烧瓶C浸入冷水中。

放100g干燥红磷于甑内,由B管通入干燥的二氧化碳,排出装置内的空气。然后加热曲颈甑直到上部出现黄色升华物为止。由B管开始通入干燥的氯气,反应立即进行。严格控制加热温度和氯气流量。使反应既无黄磷的升华

又不生成固体五氯化磷。如有黄磷升华,应加大氯气流量和减弱加热。反之,如有五氯化磷生成,须增强加热并减弱氯气流量。

反应进行到大约余下 $\frac{1}{4}$ 的磷为止。所得粗品中可能含有少量的氯氧化磷、磷和五氯化磷，可加入少许红磷，加热到60℃，五氯化磷被还原。再用浮兹烧瓶进行蒸馏，收集75~77℃的馏分，即得纯品。产量265g，产率60%。

**用途** 用于半导体掺杂源、高纯磷的制备、催化剂及有机合成。

**安全与贮存** 本品能引起眼结膜刺激症状。对咽喉刺激引起灼痛。失音、支气管炎、甚至发展成肺气肿。防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 378, 1974.  
〔2〕 Н. Г. 克留乞尼科夫著, 申泮文等译: 《无机合成手册》, 高等教育出版社, 166, 1957.

### 三 氯 氧 化 磷

I-1(4)-0048

Phosphorus oxychloride

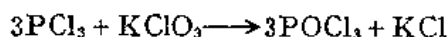
**别名** 磷酰氯 Phosphoryl chloride

**分子式** POCl<sub>3</sub>

**分子量** 153.33

**理化性质** 无色透明发烟液体。相对密度1.675。熔点2℃。沸点105.3℃。易挥发，有强烈的刺激性气味。遇水和醇分解并放出大量热和盐酸气。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



在装有回流冷凝器的250ml容量瓶中，放入100g三氯化磷。慢慢地加入研细的氯酸钾，每份剂量不大于0.5~1g，共加入33g。反应猛烈进行。当反应完毕后，蒸馏，收集沸点105~108℃的馏分即为成品。产量105g，产率94%。

**用途** 用作半导体掺杂源、有机合成氯化剂和催化剂。在乙酸分析中用作催化剂。用于制药工业、增塑剂及光导纤维材料。

**安全与贮存** 有强腐蚀性。防潮，密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 380, 1974.

### 二 氯 化 铂

I-1(4)-0049

Platinum dichloride

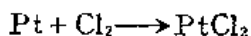
**别名** 氯化亚铂 Platinous chloride

**分子式** PtCl<sub>2</sub>

**分子量** 266.00

**理化性质** 灰绿色结晶。相对密度6.05。于581℃分解。不溶于水、乙醇、乙醚；溶于盐酸。与PCl<sub>3</sub>生成溶于苯及氯仿的化合物。

**合成方法**<sup>〔1,2〕</sup>



将海绵状铂置于玻璃管中。加热至240~250℃，然后向其中通入干燥氯气，直至海绵铂

不再吸收氯气为止。产率100%。

用途 用于铂盐制备。

### 参 考 文 献

- (1) Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 591, 1964。  
(2) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 303, 1974.

### 四 氯 化 铂

I-1(4)-0050

Platinum tetrachloride

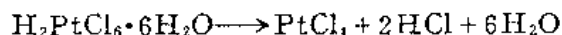
别名 氯化铂 Platinic chloride

分子式  $\text{PtCl}_4$

分子量 336.90

理化性质 红褐色结晶。易潮解。相对密度 $d_4^{25}$ 4.303。370℃分解为二氯化铂及氯气。溶于水, 25℃时100g饱和溶液含四氯化铂58.7g。溶于盐酸、乙醇、丙酮, 微溶于乙酸、三氯甲烷。

合成方法<sup>[1,2]</sup>



$\text{PtCl}_4$ 由氯铂酸( $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )在氯气流中分解得到。

将氯铂酸置于硬质玻璃管中的舟中, 缓慢地将温度由60℃升至150℃, 使水分完全挥发。在2小时内继续升温至275~300℃(勿超过360℃)。在此温度下保持半小时, 冷至150℃。取出产品迅速粉碎后, 重新置于舟中, 在氯气流中加热至275℃, 保温半小时, 趁热将产物装入密封瓶中。6g氯铂酸可得四氯化铂3.7g。

用途 用作分析试剂、催化剂。用于电镀。

安全与贮存 本品对皮肤、粘膜有刺激作用。防潮, 密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1365, 1962.  
(2) (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(II)", 丸善株式会社, 911, 1977.

### 氯 酸 钾

I-1(4)-0051

Potassium chlorate

别名 白药粉, 洋硝

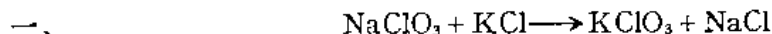
分子式  $\text{KClO}_3$

分子量 122.55

理化性质 无色透明结晶或白色粉末。相对密度2.32。熔点356℃。溶于水, 水溶液呈中性。难溶于醇和甘油。约于400℃开始分解。热至610℃时放出所有的氧。在催化剂( $\text{MnO}_2$ )存在时, 在较低温度下即分解而放出氧。水中溶解度:

|                     |     |     |     |      |      |      |      |
|---------------------|-----|-----|-----|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0   | 10  | 20  | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{KClO}_3, \%$ | 3.2 | 4.9 | 6.8 | 12.2 | 19.2 | 27.3 | 36.0 |

合成方法<sup>[1,2,3]</sup>



用电解饱和食盐水所得的氯酸钠溶液与一定量的氯化钾进行复分解。所得溶液冷却至

**理化性质** 白色结晶或结晶性粉末。有吸湿性，易结块。相对密度 1.984。熔点 770℃。沸点 1500℃（升华）。易溶于水；微溶于乙醇；稍溶于甘油；不溶于浓盐酸、乙醚和丙酮。水中溶解度：

|        |       |      |      |      |      |      |      |
|--------|-------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C  | 0     | 10   | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| KCl, % | 21.92 | 23.8 | 25.5 | 28.6 | 31.4 | 33.9 | 36.0 |

**提纯方法**<sup>[1]</sup> 将工业氯化钾溶于水中，过滤，通入氯气至饱和。煮沸除去过量的氯，再通入氯化氢气使氯化钾析出。沉淀用水洗涤后再溶于水中，过滤，冷却至 -5℃ 左右结晶。吸滤，所得结晶于 100~120℃ 干燥，冷却。密封贮存。氯化钾也可以用在高纯氮气流中升华的方法进行提纯。

**用途** 用作分析试剂、基准试剂、硝酸盐标准溶液的标定、缓冲剂。制造钾盐的基本原料。用于医药工业。

**安全与贮存** 置于干燥通风处密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Craig et al.; *Canad. J. Chem.*, 30, 448(1952).

### 三 氯 化 铑

I-1(4)-0054

Rhodium trichloride

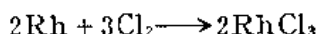
**别名** 氯化铑 Rhodium chloride

**分子式** RhCl<sub>3</sub>

**分子量** 209.26

**理化性质** 红褐色粉末。相对密度 5.4。加热至 450~500℃ 分解。于 800℃ 升华。不溶于水和酸；溶于碱和氰化物溶液。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



将金属铑粉末，在氯气流中于 400℃ 加热反应。或将三水合氯化铑在氯化氢气流中，于 360℃ 加热脱水。得到不溶性氯化铑。

**用途** 用于铑化合物制备。

**安全与贮存** 有毒。对大鼠静脉注射 LD<sub>50</sub> 198 mg/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编：“新实验化学讲座，8，化合物的合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，902, 1977。  
[2] G. Brauer: “Handbuch der präparativen Anorganischen Chemie”, II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1381, 1962.

### 氯 化 铷

I-1(4)-0055

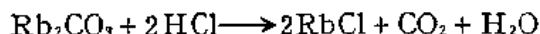
Rubidium chloride

**分子式** RbCl

**分子量** 120.92

**理化性质** 白色结晶性粉末。相对密度 2.80。熔点 718℃。沸点 1390℃。易溶于水；微溶于乙醇。水中溶解度：

|         |      |      |      |      |      |      |
|---------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C   | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| RbCl, % | 45.3 | 47.7 | 50.9 | 53.6 | 56.0 | 58.9 |

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>

将碳酸铷溶于盐酸，置于水浴上加热浓缩至干。得氯化铷。

**用途** 用作分析试剂，用于铂、铌、钽、锆和过氯酸盐的分析。

**安全与贮存** 密封保存。

**参 考 文 献**

- [1] [日]日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，572,1977。  
[2] IO. B. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，616,1964。

**三 氯 化 钌**

I-1(4)-0056

Ruthenium trichloride

**别名** 氯化钌、Ruthenium chloride, Ruthenic sesquichloride

**分子式**  $\text{RuCl}_3$

**分子量** 207.43

**理化性质** 无水物有两种异构体。 $\alpha$ 型为具有光泽的黑色板状结晶。 $\beta$ 型为暗褐色粉末。相对密度3.11。 $\beta$ 型约在450℃较变为 $\alpha$ 型，高于500℃时分解。不溶于冷水，在热水中分解。溶于盐酸；略溶于乙醇；不溶于二硫化碳。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>

$\alpha$ 型 $\text{RuCl}_3$ 的合成：



取0.25~3g金属钌粉末，置于硬质玻璃反应管中。通入体积比为3:1的氯气和一氧化碳的混合气体，在600℃加热12小时。生成物用乙醇洗涤以除去约0.2%的 $\text{Ru}_2\text{OCl}_6$ 。然后于氯气流中在600℃加热3小时，得三氯化钌。

二、将 $\beta$ 型氯化钌，置于氯气流中，加热至650℃，保持2小时。或在氩气流中，加热至450℃，保持8小时，转化为 $\alpha$ 型三氯化钌。

$\beta$ 型 $\text{RuCl}_3$ 的合成：

将0.5g海绵状金属钌，置于硬质玻璃反应管中，通入体积比为3:1的氯气与一氧化碳的混合气体，加热至330~340℃，保持4~6小时。将生成物小心研碎，再置于混合气体中，加热至330~340℃，保持6~8小时。在加热至反应温度前和冷却时必需通入氯气流，制得成品。

**用途** 用作分析试剂。用于亚硫酸盐的测定、电极涂层材料。

**安全与贮存** 密封保存。

**参 考 文 献**

- [1] 日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，898,1977。  
[2] G. Brauer: “Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie”, II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1390, 1962.

**二 氯 氯 化 硒**

I-1(4)-0057

Selenium oxychloride

**别名** 氧氯化硒，氯化亚硒酰 Seleninyl chloride

**分子式**  $\text{SeOCl}_2$

**分子量** 165.87

## 参 考 文 献

- [1] J.W. Mellor, "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. X, 898, 1930.  
 [2] G. Brauer 著, 何泽人编译:《无机制备化学手册》, 上册, 燃料化学工业出版社, 257, 1972.

## 氯化银

I-1(4)-0059

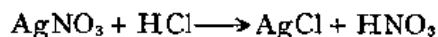
Silver chloride

别名 Gerargyrite

分子式 AgCl

分子量 143.32

理化性质 白色结晶。见光变紫渐转黑。相对密度5.56。熔点 455℃。沸点1550℃。难溶于水和稀酸。稍溶于氢氧化钠和氯化铵溶液。易溶于煮沸的浓盐酸、氨水、氰化钾、硫代硫酸钠等溶液中。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将690 g 硝酸银溶于800 mL水中, 在不断搅拌下, 加入140 mL纯盐酸, 即出现白色氯化银沉淀。立即过滤, 吸干, 用水反复洗涤至无 $\text{NO}_3^-$ 为止。沉淀于70℃烘干, 得530 g 氯化银。以上全部合成工作均应在暗室中进行, 以免产品遇光分解。

用途 用作分析试剂、光谱分析中用作缓冲剂以提高稀土元素的灵敏度、光度测定。用于照相和电镀业。

安全与贮存 避光, 密闭保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов, "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 337, 1974.  
 [2] 陈鸿彬著,《高纯试剂提纯与制备》, 上海科技出版社, 185~186, 1981.

## 高氯酸钠

I-1(4)-0060

Sodium perchlorate

别名 过氯酸钠; 过氯酸碱

分子式  $\text{NaClO}_4$ 

分子量 122.44

理化性质 无色或白色结晶。有吸潮性。482℃分解。溶于水和乙醇。有强氧化性。水中溶解度:

|                      |       |       |       |       |       |       |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C                | 0     | 15    | 25    | 50    | 75    | 100   |
| $\text{NaClO}_4$ , % | 62.87 | 65.63 | 67.82 | 73.26 | 75.01 | 76.75 |

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将100 g 碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于300 mL水中, 加热, 然后缓缓加入194 mL 30% 高氯酸, 直到溶液呈微酸性, 放置1小时, 过滤。滤液于水浴上蒸发至干。将结晶置于蒸发皿中, 放在已加热至100~150℃的砂浴上, 在通风条件下, 逐渐升温至180~200℃, 直至不再产生高氯酸烟雾。用最少量冷水, 将蒸发皿中的残留物溶解。必要时过滤, 滤液置水浴上蒸发成粥状。在玻璃砂芯漏斗上放微密滤纸, 抽滤结晶, 将结晶置于干燥箱中逐渐升温至

220~230℃干燥。产量65~68g。

**用途** 用作分析试剂及氧化剂。用于制造炸药。

**安全与贮存** 强氧化剂。与有机物或易燃物混合，加热摩擦或撞击时会发生爆炸，与浓硫酸接触也能发生爆炸。应防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 287, 1974.  
〔2〕 〔日〕日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 470, 1977。

### 氯化钠

I-1(4)-0061

Sodium chloride

**分子式** NaCl

**分子量** 58.44

**理化性质** 白色结晶或结晶性粉末。在空气中微有潮解性。相对密度 $d_4^{20}$  2.165。熔点801℃。沸点1413℃。溶于水和甘油；略溶于乙醇和液氨。水中溶解度:

|                     |      |       |       |       |       |       |
|---------------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0.1  | 20    | 40    | 60    | 80    | 100   |
| NaCl, %             | 26.3 | 26.40 | 26.67 | 27.07 | 27.55 | 28.15 |

#### 提纯方法<sup>〔1,2〕</sup>

一、将800g工业食盐溶于2L水中，加入少量氢氧化钠，煮沸。放置24小时后过滤，滤液置于用水冷却的容器中，通入纯净的氯化氢气体，即析出氯化钠结晶。抽滤，结晶用试剂盐酸洗涤数次，干燥后置于铂皿中，在600~650℃灼烧至恒重。

二、将1000g食盐溶于3L水中。待溶液澄清后，倾出溶液，加盐酸至呈弱酸性。加热，加入200mL 25%氯化钡溶液（用以沉淀 $\text{SO}_4^{2-}$ ）。加热20分钟，放置后过滤。向热滤液中加入30mL 20%氢氧化钠溶液和100mL 20%碳酸钠溶液，加热沸腾30分钟，过滤。滤液用盐酸中和（以石蕊为指示剂）后，浓缩，随时取出所析出的氯化钠结晶。抽滤，结晶用少量水洗涤，于70~100℃干燥。产率约80%。

**用途** 用作分析试剂、微量分析测定氟和硅酸盐。用于生物培养基的制备。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 〔日〕日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 467, 1977。  
〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 285, 1974。

### 氯化高锡

I-1(4)-0062

Stannic chloride

**别名** 四氯化锡 Tin tetrachloride; Butter of tin

**分子式**  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 350.58

**理化性质** 白色或微黄色半透明结晶或熔块。有盐酸气味，吸湿性强。易溶于水，水溶液长期放置产生絮状碱式盐沉淀。溶于乙醇。

#### 合成方法<sup>〔1〕</sup>



取100g无水四氯化锡，缓慢地加入到33mL水中。所得透明的热溶液在搅拌下冷却至完

全结晶为止。产量100~103 g。产率约85%。



通氯气于二氯化锡的浓溶液直至饱和，加热蒸发，直到取出少量溶液冷后即结晶为止。如溶液已蒸至糖浆状的稠度，结晶速度会大为减慢，此时可放入五水合四氯化锡的晶种，促使结晶析出。

**用途** 用作分析试剂、媒染剂。用于有机合成、电子工业。

**安全与贮存** 本品有强烈刺激性，接触皮肤可引起溃烂和湿疹；长期接触可致咽痛、咳嗽、恶心、便秘、肩部及足部疼痛。并能引起锡肺。防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 304, 1974.

### 无水氯化高锡

I-1(4)-0063

Stannic chloride, anhydrous

**别名** 无水四氯化锡 Tin tetrachloride, anhydrous; Fuming spirit of Libavius

**分子式**  $\text{SnCl}_4$  **分子量** 260.50

**理化性质** 无色发烟液体，固体时为立方结晶。相对密度2.23（液体）。熔点 $-33^\circ\text{C}$ 。沸点 $114.1^\circ\text{C}$ 。在湿空气中吸水生成为三水合物。进一步加水，生成含5、8、9等不同数量的结晶水的化合物。溶于水并放出大量的热，稀水溶液因水解而产生沉淀。有强腐蚀性。溶于醇、二硫化碳和松节油。

**合成方法**〔1,2〕



在约200 mL的曲颈甑上，接好冷凝器和100 mL的接收瓶，接收瓶上带有氯化钙或硅胶的干燥管，使整个装置内部完全保持干燥。曲颈甑上安装一根通入干燥氯气的导管。在曲颈甑中放入60 g锡薄片，加热熔融后，通入氯气，反应随即进行，生成氯化高锡。由于产物中有过量的游离氯而呈黄色。可加入5 g锡，密封并放置过夜。再加入几片锡，加热蒸馏，用干燥容器接收 $105^\circ\text{C}$ ~ $120^\circ\text{C}$ 的馏分，即得成品。蒸馏后的底液如含有铁，可加入4倍的硫酸再进行蒸馏以除去。



在锥形瓶中加入200 g无水氯化亚锡，通入干燥氯气（预先通过硫酸洗瓶）。流速60~70个气泡/min。尾气中过量的氯可用氢氧化钠溶液吸收。由于反应放热使温度很快升高到 $70\sim 80^\circ\text{C}$ ，并得到液态四氯化锡。当观察到温度逐渐下降时反应即达终点。按方法一进行脱氯和蒸馏。得250 g四氯化锡。产率90%。

**用途** 用于有机锡化合物制造。在有机分析中用于酚和醚的皂化，无机分析中用于从铷、铯中分离钾。可作纺织工业的媒染剂。在电子工业中用于导电玻璃。

**安全与贮存** 本品有强烈刺激性和腐蚀性。注入动物体内，可使肝、脾组织发生病变。应防潮，密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编：“实验化学讲座，9，无机化合物的合成与精制”，丸善株式会社，530，1958。



〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва Издательство «Химия», 299, 1974.

## 氯化亚锡

I-1(4)-0064

Stannous chloride

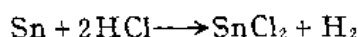
别名 二氯化锡 Tin dichloride, Tin salt

分子式  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

分子量 225.63

理化性质 白色柱状结晶。相对密度 $d_{15}^{25}$  2.710。熔点 $37.7^\circ\text{C}$ 。温度更高则失去结晶水成为无水二氯化锡。在空气中吸收氧成为不溶性的氢氧化锡。溶于水、乙醇和碱溶液。稀水溶液久置易水解生成碱式盐的沉淀。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



称取70g锡粒,置铂皿中,加入相对密度为1.14的盐酸180mL。加热微沸至锡全部溶解。过滤,在水浴上蒸发浓缩,直至用玻璃棒沾一些溶液冷后能生成结晶膜为止。用冰冷却结晶,必要时可放入一些二水合氯化亚锡为晶种。吸滤结晶。室温下干燥。母液继续蒸发,仍可获得部分产品。产量110~120g,收率83~90%。

锡在铂皿中溶解于盐酸的速度远较在瓷皿中为大(构成Sn-Pt电偶)。如没有足够大的铂皿时,可用瓷皿溶解,但须于皿中加入一块铂片。

用途 用作还原剂、媒染剂。用于染料合成、蔗糖漂白。在分析上用于 $\text{Fe}^{3+}$ 的还原,Ag、Pb、As、Mo的比色测定。

安全与贮存 锡及其大多数无机化合物毒性很小,口服不易吸收;仅在极大剂量时,在动物实验中可引起麻痹,甚至死亡。密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 298, 1974.  
〔2〕 [日]日本化学会编: "新实验化学讲座9, 无机化合物的合成与精制", 丸善株式会社, 529, 1958.

## 无水氯化亚锡

I-1(4)-0065

Stannous chloride, anhydrous

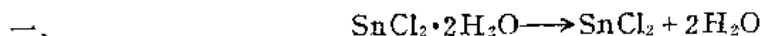
别名 无水二氯化锡 Tin dichloride, anhydrous

分子式  $\text{SnCl}_2$

分子量 189.60

理化性质 白色结晶。相对密度 $d_{15}^{25}$  3.95。熔点 $246.8^\circ\text{C}$ 。沸点 $623^\circ\text{C}$ 。溶于水、乙醇、丙酮、乙醚和乙酸乙酯。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



将200g二水合氯化亚锡放在瓷皿中,加热,于 $40^\circ\text{C}$ 时熔融。继续升温至 $120\sim 125^\circ\text{C}$ ,液体变稠而成糊状。不断搅拌,继续加热至成块状,注意随时粉碎。进一步升温至 $130^\circ\text{C}$ 脱水,研碎后,在 $130\sim 135^\circ\text{C}$ 干燥至恒重,随即移至干燥器内放冷,装入磨口瓶中。得产品165g,其纯度99.6%,为灰色。如欲制纯白的氯化亚锡,可将二水合氯化亚锡置于硫酸干燥器中,在室温下减压干燥10天。

二、于干燥的氯化氢气流中在120℃下加热二水合氯化亚锡 ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 直至完全脱水为止。

**用途** 用作分析试剂。用于Ag、Pb、As、Mo等的测定。也可作还原剂、媒染剂。用于色基制造、蔗糖漂白。

**安全与贮存** 本品有毒，在动物实验中可引起瘫痪，甚至死亡。应防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. 卡尔雅金著，于忠等译：《纯化学试剂》下册，高等教育出版社，602，1956。  
〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：「Чистые химические вещества」，Москва，Издательство «Химия」，298，1974。

### 氯化锶

I-1(4)-0066

Strontium chloride

分子式  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 266.62

**理化性质** 无色针状结晶或白色颗粒。在空气中风化，在潮湿空气中潮解。相对密度1.93。60℃失去4分子结晶水。115℃熔融，150℃失去全部结晶水。能溶于水、乙醇。水溶液呈中性。水中溶解度：

|                                               |      |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                                         | 0    | 10   | 20   | 30   | 40   | 50   | 60   |
| $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , % | 43.5 | 47.7 | 52.9 | 58.7 | 65.3 | 72.4 | 81.8 |

### 合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



取100g工业碳酸锶洗至无 ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 后，加入5~6L水。加入工业盐酸溶解，直至不再冒出二氧化碳为止。再用碳酸锶中和过量的盐酸，并加入2~4mL 30%过氧化氢。加热，此时析出氢氧化铁沉淀。过滤，在滤液中加入4mL 试剂盐酸。在水浴上蒸发至相对密度为1.48~1.50。冷却，结晶。吸滤结晶，用少量冷水洗涤，得成品。母液可循环使用。

**用途** 用于制备其它锶盐与制药工业。

**安全与贮存** 锶化合物属低毒类。本品对大鼠静脉注射MLD123mg/kg。应密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，671，1964。  
〔2〕 (日)日本化学会编：「新实验化学讲座」，8，无机化合物的合成(Ⅱ)，丸善株式会社，617，1974。

### 五 氟 化 钽

I-1(4)-0067

Tantalum pentachloride

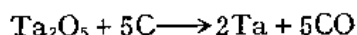
别名 氯化钽 Tantallic chloride

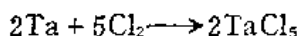
分子式  $\text{TaCl}_5$ 

分子量 358.21

**理化性质** 浅黄色结晶或透明粉末。在湿空气中分解。相对密度 $d_4^{27}$ 3.68。熔点216.5。沸点242℃。于144℃开始挥发。遇水分解。溶于无水乙醇和硫酸中。

### 合成方法<sup>〔1〕</sup>





将10g五氧化二钽与6倍(按摩尔比计)的炭黑混合后,置于燃烧舟内。将舟放入内径2.5cm、长90cm的硬质玻璃反应管内,距气体导入管约30cm处。先通入惰性气体以驱出空气。然后以200mL/min流速通入干燥氯气。于500℃加热。氯化钽的白色结晶冷凝于反应管的室温部分。所排出的气体用氢氧化钠与碳酸钠混合溶液吸收。反应完毕后,继续通入氯气冷却,再通入惰性气体置换氯气,在惰性气氛中取出氯化钽。

**用途** 用于制备钽化合物、医药及有机合成。

**安全与贮存** 有毒。对大鼠口服LD<sub>50</sub>1.0g/kg。腹腔注射LD<sub>50</sub> 0.4g/kg。熔封于安瓶中保存。

## 参 考 文 献

(1) (日)日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 816, 1977。

## 一 氯化铊

I-1(4)-0068

Thallium chloride

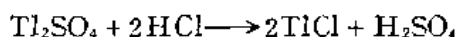
**别名** 氯化亚铊 Thallous chloride

**分子式** TlCl

**分子量** 239.84

**理化性质** 无色或白色结晶性粉末。见光或熔融变紫。相对密度 $d_4^{20}$ 7.004。熔点430℃。沸点720℃。微溶于水;不溶于乙醇和丙酮。在酸溶液中分解。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



将30g硫酸亚铊溶于1.5L沸水中,在不断搅拌下滴加共0.25mol的盐酸。冷却,过滤析出的结晶,用水洗涤后,置于干燥器中在110℃~120℃干燥,即得一氯化铊。

**用途** 用作分析试剂、氯化催化剂。用于极谱分析。

**安全与贮存** 有毒。对大鼠口服LD45mg/kg。避光、密封保存。

## 参 考 文 献

(1) (日)日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 656, 1977。

## 亚 硫 酰 氯

I-1(4)-0069

Thionyl chloride

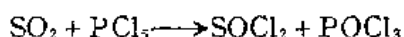
**别名** 二氯亚砷;二氯氧硫Sulfur oxychloride;氯化亚砷Sulforous oxychloride

**分子式** SOCl<sub>2</sub>

**分子量** 118.97

**理化性质** 无色至淡黄色窒息性液体。相对密度 $d_4^{20}$ 1.638。熔点-105℃。沸点20℃(96.6mmHg)。140℃分解成氯气、二氧化硫及二氯化二硫(S<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)。遇水分解成二氧化硫和盐酸。溶于苯、氯仿及四氯化碳。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



在干燥的250mL双口圆底烧瓶中,装入100g五氯化磷。烧瓶安装一个回流冷凝器,另一接口插入一个进气管深入烧瓶底部。由进气管通入二氧化硫气体(经浓硫酸洗瓶干燥)。反应进行时伴随放热,致使五氯化磷熔融。将此反应物进行蒸馏,于77~79℃蒸馏出亚硫酸酐

氯, 副产品三氯氧磷 ( $\text{POCl}_3$ ) 的沸点为  $108^\circ\text{C}$ , 残留于瓶底。产量 30g, 产率 50%。

**用途** 用于芳香族胺及脂肪胺的测定、有机合成、酰氯的制备。

**安全与贮存** 本品蒸气对呼吸道及眼结膜有明显刺激作用。具有强腐蚀性。皮肤接触液体可引起灼伤。应密封贮存。

### 参 考 文 献

〔1〕 日本化学会编, 曹惠民等译:《无机化合物合成手册》第一卷, 化学工业出版社, 189, 1983。

### 四 氯 化 钍

I-1(4)-0070

Thorium tetrachloride

**别名** 氯化钍 Thorium chloride

**分子式**  $\text{ThCl}_4$

**分子量** 373.85

**理化性质** 白色结晶。有强吸湿性。相对密度 4.95。熔点  $770 \pm 2^\circ\text{C}$ 。沸点  $928^\circ\text{C}$ 。极易溶于水; 溶于乙醇、酸、氯化钾溶液; 微溶于乙醚。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将草酸钍置于石英舟中, 放入石英反应管内, 通入 1:1 的二氧化碳与四氯化碳混合气。先加热至  $200^\circ\text{C}$ , 保持 2 小时。然后升温至  $425^\circ\text{C}$ , 保持 4 小时。再升温至  $510^\circ\text{C}$ , 保持 1 小时。最后在  $610^\circ\text{C}$  保持 1 小时, 即得成品。产率 99.4%。

**用途** 用于钍化合物制备。

**安全与贮存** 有放射性, 刺激皮肤、粘膜。防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(II)”, 丸善株式会社, 713, 1977。

### 四 氯 化 钛

I-1(4)-0071

Titanium tetrachloride

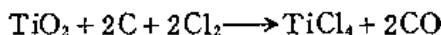
**别名** 氯化钛 Titanium chloride

**分子式**  $\text{TiCl}_4$

**分子量** 189.71

**理化性质** 无色或淡黄色液体。有刺激性酸味。相对密度 1.726(液体)。熔点  $-25^\circ\text{C}$ 。沸点  $136.4^\circ\text{C}$ 。在空气中吸潮并发烟。溶于冷水、乙醇。遇热水分解。

**合成方法**<sup>〔1,2〕</sup>



将 30g 市售二氧化钛, 15g 木炭或炭黑、0.05g 二氧化锰(催化剂)和 0.3g 可溶性淀粉用水混匀调成糊状。在烘箱中加热, 不断搅拌, 制成粒状物质。最后置于坩锅中灼烧。

二氧化钛氯化反应的仪器装置如图 1(4)-4

将二氧化钛和木炭等制成的并经灼烧的小球置于烧瓶 A 中。由 B 加热并由 D 通入氯气, 氯化反应在  $450^\circ\text{C}$  左右进行(若不加催化剂或二氧化钛, 预先又没有足够的粉碎, 则需加热到  $1000^\circ\text{C}$ )。生成的四氯化钛经 E 管冷凝后流入接受瓶 F 中, 即为成品。

**用途** 用于制备三氯化钛和金属钛及微量分析法测定亚铁氰化物。用作发烟剂、媒

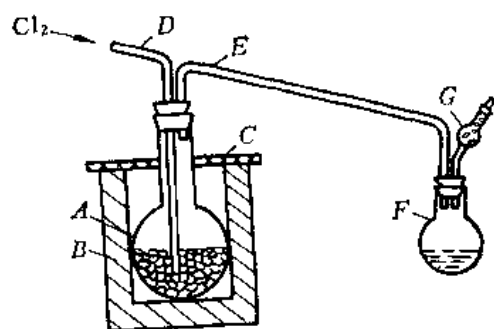


图 1(4)-4 制取四氯化钛的装置

A—200~300mL长颈石英烧瓶；B—电炉；C—石棉绝热板；D—氯气导入管；E—直径为1~1.5cm的空气冷凝管；F—接受瓶；G—氯化钙管。

染剂。

**安全与贮存** 玻璃安瓿密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1045, 1962.
- [2] H. Г. 克留乞尼科夫著: 《无机合成手册》, 高等教育出版社, 190, 1956.

### 三 氯 化 钛

I-1(4)-0072

Titanium trichloride

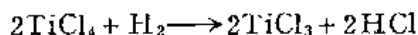
**别名** 氯化亚钛

**分子式**  $\text{TiCl}_3$

**分子量** 154.25

**理化性质** 暗紫红色结晶。相对密度2.64。500℃以上分解。在湿空气中易分解。溶于水及乙醇。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在加热炉中安装一根石英反应管。管的左端与一个石英烧瓶相连。右端插入一根可循环冷却水的套管，并在右端的下边连接一接收器。

整个设备用氢气干燥后，于烧瓶中注入25g四氯化钛，加热，让四氯化钛全部气化并由氢气带入反应管中。此时将炉温迅速升至800℃，然后通入冷却水，维持炉温120℃数小时。将未转化的四氯化钛首先流入接收器（用干冰冷却）除去。更换接收器，收集三氯化钛，收率2~3g。

**用途** 用作分析试剂及还原剂。

**安全与贮存** 防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1038, 1962.

## 四 氯化 钒

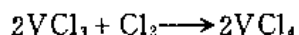
I-1(4)-0073

Vanadium tetrachloride

分子式  $\text{VCl}_4$ 

分子量 192.75

**理化性质** 红棕色液体。在空气中发白烟,分解为三氯化钒,见光或受热分解加速。相对密度 $d_4^{20}$ 1.816。熔点 $-28 \pm 2^\circ\text{C}$ 。沸点 $148.5^\circ\text{C}$ 。溶于水,分解。溶于无水乙醇、乙醚、丙酮、三氯甲烷和乙酸。

**合成方法**<sup>[1]</sup>

取30g三氯化钒放入一支细的玻璃反应管中,将反应管倾斜,管的一端通入氯气,终端联结一干燥的接收瓶,瓶口放有玻璃毛团,阻止固体三氯化钒进入接收瓶。通入干燥氯气排除空气后,加热靠近接收瓶一端的物料。反应速度由氯气流调节。四氯化钒收集在冷却至 $0^\circ\text{C}$ 的接收瓶中。保持干燥的条件下,在微量的氯气流中蒸发接收瓶内产物,除去初馏物,可得纯四氯化钒35g。

**用途** 用于三氯化钒和二氯化钒的制备

**安全与贮存** 钒的化合物是一种对机体有多种作用的毒物;可引起造血和呼吸器管、神经系统和物质代谢的变化;对皮肤有刺激作用。应防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer, "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart, 1101, 1962.

## 三 氯 氧 化 钒

I-1(4)-0074

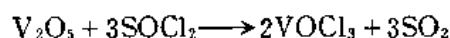
Vanadyl trichloride

别名 Vanadylic chloride

分子式  $\text{VOCl}_3$ 

分子量 173.30

**理化性质** 黄色液体。暴露于潮湿空气中冒红烟。相对密度 1.829。熔点 $-77 \pm 2^\circ\text{C}$ 。沸点 $126.7^\circ\text{C}$ 。遇水分解成盐酸及钒酸,由于生成钒酸使溶液呈血红色。

**合成方法**<sup>[1]</sup>

取20g五氧化二钒和24mL亚硫酸氯置于磨口烧瓶中,装有回流冷凝器,在没有湿气情况下在水浴上回流6~8小时。将回流装置改为蒸馏装置。如能控制亚硫酸氯不过量,可得到纯三氯氧化钒。

**用途** 用作分析试剂。

**安全与贮存** 有毒。对大鼠口服半致死量 $\text{LD}_{50}$ 0.14g/kg。防潮,密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer, "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1106, 1962.

称取1份二氧化锆与2份锻烧过的炭黑,混合均匀后放入瓷舟。将瓷舟置于瓷管中,在氯气气流中,加热至500℃,进行锻烧。用捕集器在室温收集产物。由于四氯化锆在331℃升华,可用600mm长的管子,在300~350℃于氢气流中将其重新升华,可以分离除去氯化锆中氧化物及三氯化铁。

**用途** 用作分析试剂、有机合成催化剂、防水剂、鞣化剂。用于锆的制取及颜料配制。

**安全与贮存** 本品属低毒类。小鼠经口LD<sub>50</sub>665mg/kg。有腐蚀性。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1952, 1962.  
[2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座8, 无机化合物の合成(II)" 丸善株式会社, 793, 1977.

## 第五节 氟、溴、碘及拟卤素的盐类

### 氟 化 铵

I-1(5)-0001

Ammonium fluoride

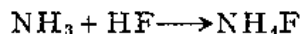
分子式 NH<sub>4</sub>F

分子量 37.04

**理化性质** 无色潮解性片状或针状结晶。相对密度 $d_{25}^{25}$ 1.009。加热则分解为氨和氟化氢。极易溶于水,在冰水中溶解度为100g/100mL水(0℃)。热水时则分解为氨和氟化氢铵(NH<sub>4</sub>F·HF)。易溶于甲醇;微溶于乙醇。能腐蚀玻璃。

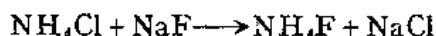
**合成方法**<sup>(1,2)</sup>

一、



在500mL铂皿或聚四氟乙烯容器中放入240mL相对密度为0.91的氨水(通风下),另取75g 40%氢氟酸,在猛烈搅拌下,以细流注入氨水中。此热溶液具有强烈氨臭,将其移入玻璃烧瓶中,将同法三次制备的溶液合在一起,放置2~3天,过滤,在铂皿中蒸发溶液至表面出现结晶膜,于10~20℃冷却。将所得结晶再溶于约50mL水中(保持有2~3g结晶不溶)。过滤,(去掉硫酸根和不溶物)、蒸发和结晶。将结晶再溶于40mL水,重复上述操作,蒸发到有晶膜出现时,加入20~30mL相对密度为0.91的氨水。直到溶液中有氨臭时,再加30mL乙醇,用冰冷却。吸滤结晶,用10~20mL乙醇洗涤后,直接放入聚乙烯瓶中,密封。得分析纯氟化铵100g。

二、



将1份氟化铵与2  $\frac{1}{4}$  份氟化钠的混合物放入铂皿或铂坩埚中,微热,升华出的氟化铵凝结在坩埚盖上(坩埚上面盖以凹形盖,盖上放冷水冷却)。可得棱形小结晶的产品。

**用途** 用作分析试剂、锆的微量分析、防腐剂、化学抛光剂。掩蔽剂及细菌抑制剂。用于炼取稀有金属、雕刻玻璃。

**安全与贮存** 对皮肤、粘膜有刺激性,应密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издатель-

СТВО «Химия», 49, 1974.

〔2〕 G. Brauer 著, 何泽人编译: 《无机制备化学手册》, 上册, 增订第二版, 燃料化学工业出版社, 118, 1972。

## 氟化氢铵

I-1(5)-0002

Ammonium hydrogen fluoride

分子式  $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$

分子量 57.04

理化性质 无色易潮解的结晶。相对密度1.503。熔点125.6℃。溶于水。微溶于乙醇。受热或遇热水即分解。对玻璃有腐蚀性。

合成方法<sup>〔1〕</sup> 在铂皿或聚四氟乙烯容器中放入40%氢氟酸。通入氨气, 直至溶液对刚果红试纸开始变棕。用冰冷却, 即析出结晶。吸滤去母液, 得成品。

用途 用作分析试剂、细菌抑制剂、木材防腐剂。用于陶器和玻璃蚀刻、炼铍、制电焊条。

安全与贮存 本品对皮肤、粘膜有刺激性。应防潮密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕 G. Brauer 著, 何泽人编译: 《无机制备化学手册》, 上册, 增订第二版, 燃料化学工业出版社, 118, 1972。

## 三 氟 化 锑

I-1(5)-0003

Antimony trifluoride

别名 氟化亚锑 Antimonous fluoride

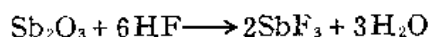
分子式  $\text{SbF}_3$

分子量 178.75

理化性质 无色或灰白色结晶。相对密度 $d_{20}^{20}$ 4.379。熔点292℃。在319℃升华。溶于水。有潮解性。有腐蚀性。水中溶解度:

|                    |      |      |      |      |
|--------------------|------|------|------|------|
| t, °C              | 0    | 20   | 25   | 30   |
| $\text{SbF}_3$ , % | 79.4 | 81.6 | 83.1 | 84.9 |

合成方法<sup>〔1〕</sup>



将200 g 25%氢氟酸溶液置于聚乙烯烧杯中, 加热至约50℃。加入100 g 三氧化二锑, 搅拌, 使之溶解。过滤除去不溶物。将澄清的滤液置于聚乙烯烧瓶中, 加热至约70℃, 通过聚乙烯管吹入干燥空气, 直至得到固体结晶。将块状结晶粉碎, 用干燥空气脱水, 可得三氟化锑, 产量约120 g。

提纯方法 取80 g 三氟化锑, 放入长200 mm, 直径65 mm的厚壁试管内, 在试管上部插入一个长200 mm, 直径25 mm的试管, 此管能用水冷却。在260℃, 2 mm Hg下, 减压升华约4小时, 可得到纯度为99%的三氟化锑。产率约90%。

将上述结晶用无水甲醇重结晶, 或用铜制设备蒸馏, 可得更纯的制品。

用途 用作分析试剂。棉织物的媒染剂。

安全与贮存 防潮、贮于聚乙烯瓶中密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕 〔日〕日本化学会编: “新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(II)”, 丸善株式会社, 670, 1977。



## 氟化钡

I-1(5)-0004

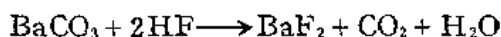
Barium fluoride

分子式  $\text{BaF}_2$ 

分子量 175.34

理化性质 无色透明细小结晶。相对密度4.89。熔点1355℃。沸点2137℃。难溶于水，稍溶于氟酸及氯化铵溶液。水中溶解度：

| t, °C | 10    | 15    | 20    | 25    | 30    |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| g/L   | 1.586 | 1.597 | 1.607 | 1.614 | 1.620 |

合成方法<sup>[1]</sup>

将碳酸钡溶于过量氢氟酸内。蒸发至干。加热至红热温度，即得产品。

用途 用作防腐剂。用于珐琅制造。

安全与贮存 本品有毒，应密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Donges: "Handbook of Preparative Inorganic Chemistry", Vol. I, 2nd ed., Academic Press, N. Y., 1951, 1963.

## 氟化铍

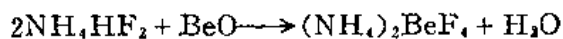
I-1(5)-0005

Beryllium fluoride

分子式  $\text{BeF}_2$ 

分子量 47.01

理化性质 无色玻璃状物。相对密度  $d^{25}$  1.986。受热则缓缓软化，800℃升华。极易溶于水。溶于硫酸，微溶于乙醇，不溶于无水氟酸。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将氧化铍或碳酸铍，溶于装在铂皿或银皿内的25%  $\text{NH}_4\text{HF}_2$  溶液中，加热浓缩至得到氟铍酸铵结晶。充分干燥后，置于二氧化碳气流中灼烧至红热使之分解，得到氟化铍固体。氟化铍升华逸去。

用途 用于制备铍盐或铍合金。也用于玻璃工业及核反应堆。

安全与贮存 剧毒，慎勿与人体接触。防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成(II)”，丸善株式会社，576, 1977。  
[2] G. Brauer 著，何泽人编译：《无机制备化学手册》，上册，增订第二版，燃料化学工业出版社，144, 1964。

## 三 氟 化 硼

I-1(5)-0006

Boron trifluoride

别名 氟化硼 Boron fluoride

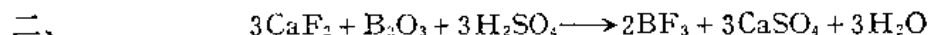
分子式  $\text{BF}_3$ 

分子量 67.81

理化性质 无色气体。密度2.99 g/L。熔点-126.7℃。沸点-99.9℃。定量地将三氟化硼通入冰水中可得二水合物晶体。在温水中水解生成氟硼酸和硼酸。溶于乙醚及硝酸。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将300 g 氟硼酸钠和50 g 三氧化二硼研细混匀后, 装入1 L 圆底烧瓶中。加入300 mL 硫酸(150 mL 浓硫酸与150 mL 发烟硫酸的混合物)充分振摇。在烧瓶上口按装一个长30~50 cm 的直管冷凝器, 上端连接一装有大颗粒三氧化二硼的干燥管。经此逸出的三氟化硼气体进入一个用液氮冷却的捕集器中。捕集器由于产物凝固将影响流通。可加热使之成熔融态。注意先局部用小火加热捕集器, 避免三氟化硼的发泡现象, 然后再整体加热。这一反应在180℃下可顺利进行, 约需3小时反应完毕。收率为80~90%。产品再经蒸馏提纯, 可得纯品。



将20 g 三氧化二硼细粉和40 g 氟化钙放入500 mL 干燥浮兹烧杯中。烧瓶上安装一滴液漏斗, 另经接管与用冰冷却的接受器连接。接受器中装有100 mL 无水乙醚, 上端装有氯化钙管。然后自滴液漏斗分次小量滴加相对密度为1.84 (不能低于此值) 的浓硫酸, 不时振荡烧瓶, 加热至70℃, 生成的三氟化硼被乙醚吸收, 再小心加热至130℃至反应完全。

倾出三氟化硼的乙醚溶液置于150 mL 干燥的浮兹瓶中进行蒸馏, 先在水浴上蒸去乙醚(易着火!); 再升温至124~126℃, 得蒸馏液为乙醚络合物 $[(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O} \cdot \text{BF}_3]$ , 此络合物常应用于有机合成。欲得纯态三氟化硼, 可将气态物收集于用液体空气冷却的受器中。

**用途** 用作分析试剂、消毒剂和焊接剂。

**安全与贮存** 刺激眼睛, 腐蚀皮肤, 避免接触。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译: 《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 185, 1983。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 74, 1974.

## 氟 化 钙

I-1(5)-0007

Calcium fluoride

**别名** 氟石 Fluorite; Fluorspar

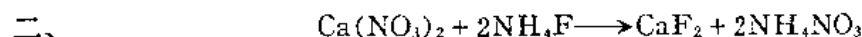
**分子式**  $\text{CaF}_2$

**分子量** 78.08

**理化性质** 无色结晶性粉末。相对密度3.180。熔点1423℃。沸点约2500℃。不溶于水和丙酮。溶于铵盐溶液和稀酸。与热浓硫酸作用生成氢氟酸。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将10 g 碳酸钙与5.8 g 氟化氢铵粉末混合, 置于铂坩埚中, 使其厚度约为1.3 cm。在175℃加热1小时, 即得氟化钙。



将250 g 硝酸钙 $[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于375 mL 水, 另将160 g 氟化铵溶于400 mL 水。将上述溶液都注入瓷皿中并于水浴上加热。然后检验沉淀是否完全。检验方法: 取两份溶液, 分别加入氟化铵(检验 $\text{Ca}^{2+}$ )和硝酸钙(检验 $\text{F}^-$ )。允许 $\text{Ca}^{2+}$ 稍微过量(溶液加入氟化铵后微浑)。检验合格后, 将混合物于60~70℃下加热1.5小时。静置1昼夜后倾出上层溶液,

用倾泻法洗涤沉淀2~3次,每次用1L水。滤出沉淀,于60~80℃干燥,再于400~500℃灼烧3小时。然后粉碎,每次用200mL热水以倾泻法洗涤约10次,直到洗涤液中不含 $\text{NO}_3^-$ 和 $\text{NO}_2^-$ 为止(检验方法:取2mL洗涤液,加1滴靛蓝溶液和2mL相对密度为1.84的硫酸,蓝色应不消失)。吸滤沉淀,在60℃下干燥,于400~500℃灼烧2小时。产率接近100%。

**用途** 用作冶金工业助熔剂。用于陶瓷工业、电子工业及制造氢氟酸等。

**安全与贮存** 其分解产物氟化氢有刺激性。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座,8,无机化合物の合成(Ⅱ)”,丸善株式会社,595,1977。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов:“Чистые химические вещества”,Москва,Издательство «Химия»,153,1974.

### 氟 化 亚 铈

I-1(5)-0008

Cerous fluoride

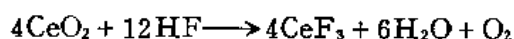
**别名** 三氟化铈 Cerium trifluoride; Certrifluoride

**分子式**  $\text{CeF}_3$

**分子量** 197.12

**理化性质** 白色结晶或粉末。相对密度6.157。熔点1460℃。沸点2300℃。不溶于冷水和酸。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



在铂皿中将二氧化铈与过量的氢氟酸蒸发至于即可得到。

**用途** 用于碳弧中增加光亮度。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: “Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie”, I Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 229, 1962.

### 氟 化 铯

I-1(5)-0009

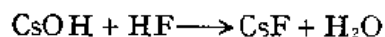
Cesium fluoride

**分子式**  $\text{CsF}$

**分子量** 151.90

**理化性质** 白色结晶或结晶性粉末。相对密度4.115。熔点682℃。沸点1251℃。易潮解。易溶于水,不溶于醇。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>



取氢氧化铯1500g溶于1L水中,在铂、聚四氟乙烯或其它既耐热又耐氢氟酸腐蚀的合成树脂所制成的容器中,用约571mL35%氢氟酸中和,过滤。滤液在铂或银皿中浓缩至干。(必要时进行灼烧)即得成品。

除氢氧化铯外,还可用氧化铯或碳酸铯与氢氟酸合成。

**用途** 用作高纯分析试剂。用于光学晶体制造,电子工业等。

**安全与贮存** 本品有毒。应防潮密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] J. H. 席孟斯主编, 路之康等译: 《氟化学》, 卷一, 科学出版社, 23, 1961。  
 [2] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. II, Longmans, Green and Co., 512, 1956.

## 无 水 氟 化 钴

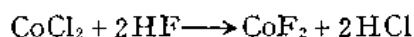
I-1(5)-0010

Cobaltous fluoride, anhydrous

分子式  $\text{CoF}_2$ 

分子量 96.93

理化性质 玫瑰色结晶。相对密度 $d_4^{25}$ 4.45。熔点 $1100\sim 1200^\circ\text{C}$ 。在约 $1400^\circ\text{C}$ 挥发, 微溶于水; 易溶于热的强酸。能生成二水、三水、四水盐。

合成方法<sup>[1]</sup>

在玻璃管中将结晶氯化钴 ( $\text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), 在氯化氢气流中完全脱水 ( $200^\circ\text{C}$ )。此时产品由玫瑰红变成蓝色。将无水氯化钴放在石英舟中, 在铁管内于 $300^\circ\text{C}$ 通以无水氟化氢, 直至管端不再放出氯化氢气为止。然后用干燥的氮气将过量氟化氢赶掉。

用途 用于制备三氟化钴。用作有机反应催化剂。

安全与贮存 有毒。塑料瓶密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer著; 何泽人编译: 《无机制备化学手册》, 上册, 燃料化学工业出版社, 163, 1972。

## 氟 化 铜

I-1(5)-0011

Cupric fluoride

别名 Copper fluoride

分子式  $\text{CuF}_2$ 

分子量 101.54

理化性质 浅灰白色粉末。相对密度4.23。在 $950^\circ\text{C}$ 熔融并分解。溶于水,  $20^\circ\text{C}$ 时溶解度为4.5%; 溶于稀酸; 不溶于乙醇。对玻璃有腐蚀性。

合成方法<sup>[1, 2]</sup>

将稍过量的40%氢氟酸置于铂皿中, 加入氧化铜。完全溶解后, 置通风橱内于水浴上加热浓缩。放置冷却, 可得五水合七氟化五氢铜 ( $\text{CuF}_2 \cdot 5\text{HF} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 的结晶。将此结晶置于铂皿内, 放在镍或铜的反应管中, 通入干燥氟化氢气流,  $400^\circ\text{C}$ 脱水分解。然后用氮气流赶出过剩的氟化氢, 冷却, 得到氟化铜。



将无水氯化铜置于铂皿中, 装在镍或铜的反应管内。于 $400^\circ\text{C}$ 通入氟气流。可制得高纯度氟化铜。

用途 用作高温氟化剂及助熔剂。

安全与贮存 聚乙烯瓶密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，911，1977。  
〔2〕G. Brauer著，何泽人编译：《无机制备化学手册》，上册，燃料化学工业出版社，148，1972。

## 氟 化 铅

I-1(5)-0012

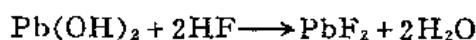
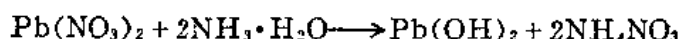
Lead fluoride

别名 氟化亚铅 Plumbous fluoride

分子式  $\text{PbF}_2$ 

分子量 245.19

理化性质 无色结晶或粉末。相对密度8.28。熔点855℃。沸点1290℃。溶于硝酸；微溶于水；不溶于氢氟酸、氨及乙酸。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

将试剂硝酸铅溶于水中，溶液的相对密度为1.08（40℃）。过滤。通入氨气析出氢氧化铅。用水洗涤沉淀至 $\text{NO}_3^-$ 合格。将其置于塑料容器或内涂有聚三氟乙烯的容器中，加入足量的水充分搅拌使呈稀糊状。在搅拌下慢慢加入氢氟酸使其完全转化为氟化铅。保温3小时滤出沉淀，用水洗涤沉淀至pH不小于5。吸滤后干燥，即为成品。

用途 用作红外线分光材料及同步加速器材料、熔接剂及除硫剂。

安全与贮存 具有铅与氟化合物二者的毒性。防止粉尘飞扬。贮存于干燥处，勿与食用化工原料和酸类等接触。

## 参 考 文 献

- 〔1〕G. Brauer：“Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie”，175，1954。

## 氟 化 锂

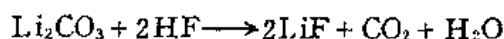
I-1(5)-0013

Lithium fluoride

分子式  $\text{LiF}$ 

分子量 25.94

理化性质 白色结晶或粉末。相对密度 $d_{20}^{20}$  2.635。熔点845℃。沸点1676℃。难溶于水；不溶于醇；溶于酸；与氢氟酸形成 $\text{LiHF}_2$ 。

合成方法<sup>〔1〕〔2〕〔3〕</sup>

在铂皿中将碳酸锂溶于40%氢氟酸。将溶液蒸发至干。焙烧。趁热用白金工具研成粉末，即为成品。

用途 用于搪瓷工业、光学玻璃制造。用作干燥剂及助燃剂。

安全与贮存 有毒。密封保存于涂有石蜡的瓶中。

## 参 考 文 献

- 〔1〕Donges：“Handbook of Preparative Inorganic Chemistry”，Vol. I，2nd ed.，Academic Press，N. Y.，235，1963。  
〔2〕G. Brauer：“Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie”，I Band，2 umgearbeitete

Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 220, 1962.

〔3〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 459, 1977.

## 氟化镁

I-1(5)-0014

Magnesium fluoride

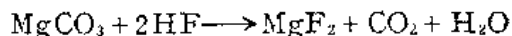
别名 Afluon; Sellaite; Magnesium flux

分子式  $\text{MgF}_2$

分子量 62.30

理化性质 无色结晶或白色粉末。相对密度3.148。熔点  $1261^\circ\text{C}$ 。沸点  $2239^\circ\text{C}$ 。微溶于水, 溶于硝酸; 不溶于乙醇。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



将 50 g 46% 的氢氟酸置于聚乙烯烧杯中, 加 42 g 水, 成为约 25% 的溶液。用水冷却烧杯, 在搅拌下, 分次少量加入共 48 g 碳酸镁。吸滤出生成的沉淀, 在  $400^\circ\text{C}$  干燥。产量 35 g。

用途 用作分析试剂、助熔剂。用于光学玻璃、陶瓷和电子工业。

安全与贮存 有毒, 对几内亚猪经口 LD<sub>50</sub> 1.0 g/kg。密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 681, 1977.

〔2〕G. Brauer 著, 何泽人编译:《无机制备化学手册》, 上册, 燃料化学工业出版社, 145, 1972.

## 无水氟化锰

I-1(5)-0015

Manganese fluoride, anhydrous

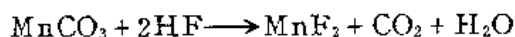
别名 无水氟化亚锰 Manganous fluoride, anhydrous

分子式  $\text{MnF}_2$

分子量 92.93

理化性质 浅红色结晶。相对密度 3.98。熔点  $856^\circ\text{C}$ 。微溶于水; 溶于酸; 不溶于乙醇和乙醚。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



在铂皿或铅皿中, 将精制的碳酸锰溶于过量的 40% 的氢氟酸中。加热浓缩, 室温下冷却, 得到四水合物。过滤, 结晶于  $110^\circ\text{C}$  加热脱水, 得无水氟化锰。

用途 用作氟化剂及陶瓷工业和有色金属焊接的原料。

安全与贮存 有毒。塑料瓶密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕日本化学会编:“新实验化学讲座 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 857, 1977.

〔2〕G. Brauer 著, 何泽人编译:《无机制备化学手册》, 上册, 燃料化学工业出版社, 161, 1972.

## 氟化汞

I-1(5)-0016

Mercuric fluoride

分子式  $\text{HgF}_2$

分子量 238.59

理化性质 无色立方晶体。相对密度  $d_4^{25}$  8.95。  $645^\circ\text{C}$  熔融同时分解。沸点  $650^\circ\text{C}$ 。溶于水,

## 氟化氢钾

I-1(5)-0018

Potassium hydrogen fluoride

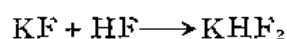
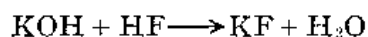
别名 酸式氟化钾 Potassium bifluoride

分子式  $\text{KHF}_2$ 

分子量 78.11

理化性质 无色结晶，易潮解。在湿空气中吸收水分放出氟化氢。相对密度 2.37。熔点  $238.7^\circ\text{C}$ 。易溶于水，水溶液呈酸性。可溶于醋酸钾，不溶于乙醇。水中溶解度：

|                     |       |       |       |       |       |       |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0     | 10    | 20    | 45    | 60    | 80    |
| $\text{KHF}_2, \%$  | 19.70 | 23.14 | 28.15 | 38.03 | 41.08 | 53.28 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将50 g 30%的氢氧化钾溶液或80 g 氟化钾和 25 mL 40%的氟化氢相混合，置铂皿中于通风下蒸发至析出结晶。冷却，吸滤出结晶，用酒精洗涤，于室温下干燥。所得产品再用水重结晶一次，即可得纯品。

向饱和的氟化钾溶液中加入氢氟酸，控制终点的 pH 为 2~3，也很容易制得该试剂品。

用途 用作掩蔽剂、冶金的助熔剂。用于氟化物的制造。

安全与贮存 有毒。塑料瓶密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карлякин等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，化学工业出版社，261，1964。  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство «Химия》，142，1974。

## 氟化银

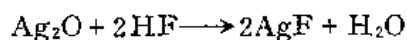
I-1(5)-0019

Silver fluoride

分子式  $\text{AgF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 162.89

理化性质 无色结晶。在湿空气中潮解。性质不稳定。长时间在硫酸上放置，特别在真空中，会失去水和氟化氢并析出银而变黑，且在表面形成碱式盐。无水盐在  $435^\circ\text{C}$  熔融。

合成方法<sup>[1]</sup>

在银器中，加入160 mL 水和41 g 40%氢氟酸。另取70 g 氧化银和100 mL 水调成稀浆，在加热下慢慢加入到氢氟酸溶液中。为了使氧化银反应完全，应保持溶液为酸性。滤出结晶，干燥。产量91 g，产率90%。

用途 用作防腐剂、消毒剂。

安全与贮存 长时期接触可引起牙斑和骨质变化。避光密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство «Химия》，337，1974。

## 无水氟化银

I-1(5)-0020

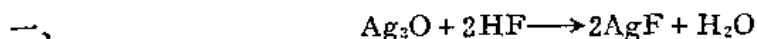
Silver fluoride, anhydrous

分子式  $\text{AgF}$ 

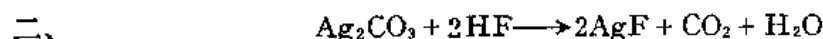
分子量 126.87

**理化性质** 无色片状结晶。相对密度 $d_{15}^{15}$  5.852。熔点 $435^{\circ}\text{C}$ 。沸点约 $1159^{\circ}\text{C}$ 。溶于水。有强吸湿性。见光变黑。水中溶解度:

|                       |       |       |       |       |       |      |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|------|
| $t, ^{\circ}\text{C}$ | 0     | 10    | 20    | 39.5  | 50    | 108  |
| $\text{AgF}, \%$      | 46.18 | 54.50 | 63.23 | 68.96 | 68.35 | 67.2 |

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>

在聚四氟乙烯容器中,将41g 40%氢氟酸溶于160mL水,在通风下加热后,逐渐加入由70g氧化银与100mL水所共研成的浆状物,保持溶液对刚果红试纸呈酸性。反应完毕后在水浴上浓缩至开始出现结晶。冷却,用装在涂有石蜡的抽滤漏斗上的纸漏斗过滤结晶。不待完全干燥即装入瓶中,产量91g。



将碳酸银置于聚四氟乙烯容器中,慢慢加入40%氢氟酸至全溶。溶液先在水浴上加热浓缩,然后移至不高于 $200^{\circ}\text{C}$ 的电热板上,时时用聚四氟乙烯棒搅拌蒸发至干,即得产品。整个操作应在暗处、通风橱中进行。

**用途** 用作分析试剂、防腐剂及消毒剂。

**安全与贮存** 避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 337, 1974.  
 (2) [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 922, 1977.

## 氟化钠

I-1(5)-0021

Sodium fluoride

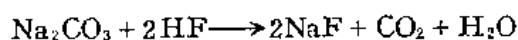
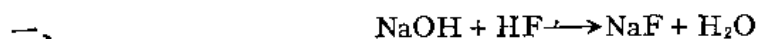
别名 Florocid, Fluorol, Villiamite

分子式  $\text{NaF}$ 

分子量 41.99

**理化性质** 无色结晶。相对密度 $d_{15}^{15}$  2.558。熔点 $993^{\circ}\text{C}$ 。沸点 $1695^{\circ}\text{C}$ 。不溶于醇; 溶于水而分解。溶液呈碱性。水中溶解度:

|                       |      |      |      |      |      |
|-----------------------|------|------|------|------|------|
| $t, ^{\circ}\text{C}$ | 0    | 15   | 20   | 30   | 40   |
| $\text{NaF}, \%$      | 3.53 | 4.01 | 4.17 | 4.20 | 2.43 |

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>

在40%氢氟酸内加入计算量的氢氧化钠或碳酸钠溶液。立即生成氟化钠沉淀。将沉淀吸滤干,于 $110^{\circ}\text{C}$ 干燥,即得成品。



取氢氧化钠(分析纯)400g,加入500mL水配制成45%的溶液。另取氟化氢铵135g溶于



1050 mL 水中, 并分为三等份。向第一份加入 170 mL 45% 氢氧化钠溶液, 其余两份各加氢氧化钠溶液 70 mL, 同时猛烈搅拌。当第一份沉出氟化钠后即倾入第二份中。经过猛烈搅拌并沉出氟化钠后又倾入第三份中 (如此操作, 可降低氢氧化钠的消耗)。吸滤出结晶, 用水洗涤以除去  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$  及过剩的氢氧化钠, 于 35~40℃ 干燥, 得成品。产量 90 g, 产率 63%。

**用途** 用于钢铁分析试剂和光电比色法测定磷。也可用作吸附剂、助熔剂和防腐剂。

**安全与贮存** 有毒, 腐蚀粘膜, 口服 16 mg 即引起呕吐。致死量为 5~10 g。水溶液对玻璃有腐蚀。干燥的氟化钠可贮存于玻璃瓶或聚乙烯塑料瓶内。

### 参 考 文 献

- [1] Dinges: "Handbook of Preparative Inorganic Chemistry", Vol. I, 2nd ed., Academic Press, N. Y., 235, 1963.  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 284, 1974.

### 氟 氟 化 钠

I-1(5)-0022

Sodium bifluoride

**别名** 酸式氟化钠 Sodium hydrogen difluoride, Sodium acid fluoride

**分子式**  $\text{NaHF}_2$

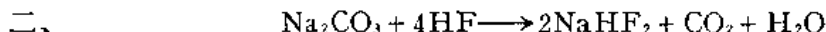
**分子量** 61.99

**理化性质** 白色结晶性粉末。有吸湿性。相对密度 2.08。受热分解。溶于水。不溶于乙醇。水溶液能腐蚀玻璃。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将氟化钠溶于氟氢酸中或通氟化氢与熔融氟化钠作用制取。



将 380 g 46% 氢氟酸置于聚乙烯烧杯中, 加 120 g 水稀释。烧杯外用冷水冷却, 搅拌下分次少量加入 210 g 碳酸钠。冷却至室温。用聚乙烯漏斗过滤。结晶置于铂皿或氟树脂烧杯中, 在 70℃ 以下干燥即得成品。

**用途** 用于防腐剂、助熔剂、动植物标本的保存剂及雕刻玻璃腐蚀剂。

**安全与贮存** 与氟化钠有同样毒性, 长期作用于皮肤, 呈现与浓氢氟酸同样病害。慎勿与人体接触。防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物之合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 466, 1977.

### 氟 化 锶

I-1(5)-0023

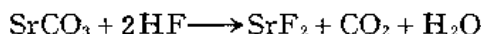
Strontium fluoride

**分子式**  $\text{SrF}_2$

**分子量** 125.62

**理化性质** 无色结晶或白色粉末。相对密度 4.24。熔点 1473℃。沸点 2489℃。在空气中稳定。溶于热盐酸, 不溶于氟酸、乙醇或丙酮。能被强酸分解。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



在铂皿中分次少量将碳酸镉溶于40%的氢氟酸中,并使氢氟酸过量。然后在电炉上将溶液蒸发至干。最后在真空中于150℃脱水,即得产品。

**用途** 用于制药工业及日用化学工业。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 219, 1962.  
[2] (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成 (II)", 丸善株式会社, 616, 1977.

### 六 氟 化 钨

I-1(5)-0024

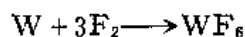
Tungsten hexafluoride

**分子式**  $WF_6$

**分子量** 297.84

**理化性质** 无色结晶或微黄色液体。晶体有潮解性。液体的相对密度为2.544。熔点17.5℃。沸点35℃。溶于无水氟酸。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



取一长约300mm,直径25mm的镍管,其中放有镍舟。镍管与另一装有无水氟化钾的干燥管相连。将钨粉放入舟中,在氟气流中燃烧。产物由多次蒸馏进行提纯。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", I Band, 2. umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 239, 1962.

### 无 水 氟 化 锌

I-1(5)-0025

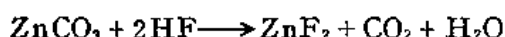
Zinc fluoride, anhydrous

**分子式**  $ZnF_2$

**分子量** 103.37

**理化性质** 无色针状结晶。相对密度 $d_4^{25}$ 4.95。熔点872℃。沸点1500℃。微溶于水,易溶于热酸、氨水;不溶于乙醇、氨气。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



按化学计量称取碳酸锌和比计量略多一些的40%氢氟酸。在聚四氟乙烯的烧杯中加热氢氟酸,再将碳酸锌一点一点地加入。反应初期,碳酸锌溶于酸中,成为透明的溶液,后来则有不透明的氟化锌结晶出现。将以上混合物在电热板上加热蒸干(如果产品用于氟化反应则不必蒸干,因完全脱水的氟化锌其化学活性小得多,不利于氟化反应)。将以上蒸干的氟化锌置于铂皿中,在防止湿空气影响下加热到800℃即得成品。

**用途** 用作分析试剂、化学反应中的氟化剂,木材浸渍剂。

**安全与贮存** 有毒。防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer著,何泽人编译:《无机制备化学手册》,上册,燃料化学工业出版社,150,1972。  
[2] (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成 (II)", 丸善株式会社, 982, 1977.

## 溴化铝

I-1(5)-0026

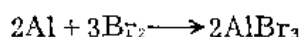
Aluminum bromide

别名 三溴化铝; Aluminum tribromide

分子式  $\text{AlBr}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 371.73

理化性质 无色或浅黄色结晶。易潮解。相对密度 2.54。熔点  $93^\circ\text{C}$ 。  $135^\circ\text{C}$  时分解成三氧化二铝、溴化氢和水。易溶于水、乙醇、乙醚和二硫化碳。

合成方法<sup>[1]</sup>

取30 g 铝粒加入3 L  $35\sim 40^\circ\text{C}$  的温水。自滴液漏斗小心地注入240 g 纯溴。当反应终止和液体退色后, 过滤, 蒸发滤液至呈糖浆状, 置于硫酸(或氯化钙)的干燥器内。数日, 得浅玫瑰棕色结晶(因部分分解而带色)。吸滤, 于多孔粘土盘上干燥。产量约为170 g。

用途 用作分析试剂, 用于有机合成异构化的催化剂。

安全与贮存 有腐蚀性。防潮、避光、密封保存。

## 参 考 文 献

[1] IO. B. 卡尔雅金等著, 于忠等译, 《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 11, 1964。

## 无水溴化铝

I-1(5)-0027

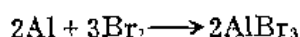
Aluminum bromide, anhydrous

别名 无水三溴化铝 Aluminum tribromide, anhydrous

分子式  $\text{AlBr}_3$ 

分子量 266.71

理化性质 无色有光泽的小片结晶, 逐渐变为浅棕色。固体的相对密度  $d^{18}_4 3.025$ ; 液态相对密度  $d^{100}_4 2.64$ 。熔点  $97.5^\circ\text{C}$ 。沸点  $260\sim 270^\circ\text{C}$ 。在潮湿空气中猛烈发烟。易溶于苯、甲苯、硝基苯、二硫化碳、丙酮。遇水激烈反应, 放出大量热。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

在通风下, 向1.5 L 经完全干燥的硬质玻璃烧瓶中, 放入100 g 铝屑或铝粒, 经滴液漏斗小心滴入250 mL (800 g) 纯溴, 反应初期将引起强烈的局部发热现象。当形成一层溴化铝后, 即可加速滴入。需保持三溴化铝为液态(否则应小心地加热烧瓶)。反应结束时应留存有少量铝, 为使溴反应完全。

将制得的三溴化铝粗品进行蒸馏。接受器应连接氯化钙管以防止水汽进入。弃去首先馏出的带色部分。将  $260\sim 270^\circ\text{C}$  之间的馏分直接收集到贮存瓶中, 随即凝成结晶。然后用软木塞塞住, 石蜡密封。产量715 g (以溴计约为80%)。

处理废弃的无水溴化铝时, 最好将其熔化, 倒入水中。切不可把水加到溴化铝中, 以免炸毁容器。

用途 用作有机合成的酸性催化剂。用于芳烃烷基化和正烃的异构化。

安全与贮存 防潮、避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 11, 1964。  
 [2] L. F. Audrieth著, 申沅文译:《无机合成》, 第三卷, 科学出版社, 26, 1962。

## 溴 化 铵

I-1(5)-0028

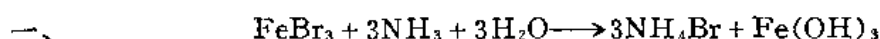
Ammonium bromide

分子式  $\text{NH}_4\text{Br}$ 

分子量 97.95

理化性质 无色柱状结晶。在空气中慢慢变黄, 微有吸潮性。相对密度2.429。加热时分解。452℃升华。易溶于水、醇、丙酮, 微溶于乙醚; 不溶于乙酸乙酯。水中溶解度:

| t/℃                        | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  | 120  |
|----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| $\text{NH}_4\text{Br}, \%$ | 37.7 | 40.6 | 43.3 | 47.7 | 51.9 | 55.7 | 59.3 | 62.6 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>

取600 g 62%的工业溴化铁溶于100 mL热水。加入50~70 mL氨水(相对密度0.91)。加热至沸。再加入0.5 g 氢氧化钡与5 mL水的溶液, 除去 $\text{SO}_4^{2-}$ (检验 $\text{SO}_4^{2-}$ 是否除尽)。放置过夜。吸滤, 用水洗涤沉淀2~3次, 在水浴上蒸发滤液, 直至相对密度为1.20~1.26(80℃)为止。冷却至40~45℃。加入氨水, 直到溶液对酚酞指示剂呈弱碱性。再加0.5 mL 30%过氧化氢, 检验铁是否合格。必要时加入10 mL 10%草酸铵再除去杂质 $\text{Ca}^{2+}$ , 加1 mL 硫化铵和1.5~2 g 活性炭, 沉淀、过滤, 除去重金属杂质。将滤液蒸发, 直至在出现结晶膜。冷却、吸滤出结晶, 用水洗涤后于100~110℃干燥2小时, 研碎, 即可得300 g 分析纯溴化铵, 产率80%。



在用冷水冷却的烧瓶中, 放入570~580 mL 20%氨水(纯, 相对密度0.923)。由装在烧瓶上的分液漏斗慢慢滴入350 g 溴。反应激烈会发声响, 同时烧瓶内充满溴化铵烟雾。一部分溴化铵和氨被产生的氮气由出气口带入洗瓶中。

加完溴, 溶液应呈现强碱性, 否则应补加氨水。不允许有过量的溴, 否则会形成爆炸性的溴化氮( $\text{NH}_4\text{Br} + 3\text{Br}_2 \longrightarrow 4\text{HBr} + \text{NBr}_3$ )。把洗瓶中的溶液合并到烧瓶中, 静置2~3日。如有结晶形成, 可注入少许水溶解, 保持溶液呈现透明状态, 并含有过量氨。当溶液用硫酸酸化后, 不再出现黄色时, 可认为络合物分解反应已终止。然后过滤, 在水浴上蒸发滤液至结晶上层只有少许溶液时为止。冷却, 吸滤出结晶, 干燥, 得成品。

三、用纯的氢溴酸和稍过量的氨水作用(混合时要慢慢加料)蒸发溶液至有结晶生成, 也可制得溴化铵。

用途 用作分析试剂。用于照相制版及制药工业。

安全与贮存 防潮避光保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学手册》, 中国工业出版社, 30, 1964。  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 34, 1974。

## 溴 化 钡

I-1(5)-0029

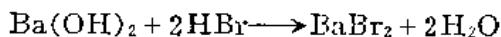
Barium bromide

分子式  $\text{BaBr}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 333.19

**理化性质** 无色粒状结晶。相对密度 $d_4^{25}$ 3.58。熔点 $880^\circ\text{C}$ 。在 $75^\circ\text{C}$ 失去一分子结晶水,在 $120^\circ\text{C}$ 失去全部结晶水。溶于水和醇。水中溶解度:

| $t, ^\circ\text{C}$                           | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100 |
|-----------------------------------------------|------|------|------|------|------|-----|
| $\text{BaBr}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}, \%$ | 49.5 | 51.0 | 53.2 | 55.1 | 57.4 | 60  |

**合成方法**<sup>[1]</sup>

将试剂氢溴酸在搅拌下慢慢加入到纯氢氧化钡饱和溶液中,直至pH8~9为止。保温8小时,静置30分钟,过滤。滤液在沙浴上浓缩至放冷后沉出结晶为止。吸滤,结晶在 $30\sim 40^\circ\text{C}$ 进行干燥,得成品。

**用途** 用作分析试剂。用于溴化物的制造。

**安全与贮存** 有毒。避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] J.W.Mellor; "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. III, Longmans, Green and Co., 725, 1956.

## 三 溴 化 硼

I-1(5)-0030

Boron tribromide

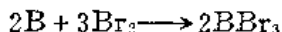
分子式  $\text{BBr}_3$ 

分子量 250.54

**理化性质** 无色发烟液体。有强吸潮性。相对密度 $d_4^{20}$ 2.643。熔点 $-46^\circ\text{C}$ 。沸点 $91.3^\circ\text{C}$ 。有强烈的刺激嗅味。见光或受热分解。遇水、乙醇易分解并引起爆炸。溶于乙醇、四氯化碳。

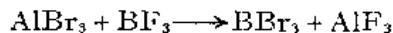
**合成方法**<sup>[1,2,3]</sup>

一、



在管式反应炉的反应管中装入硼粉。为使反应充分进行,应放一定量的填料,填料材质与管壁相同。将反应管加热至 $850^\circ\text{C}$ ,同时将溴加热至微沸,随即通入反应管中。反应开始时有大量烟雾,随后即有淡黄色液体溴化硼生成。将产物放入脱溴器中,与活性碳、锑粉和铝屑共同回流加热至生成的溴化硼为无色时为止。再经精馏,可得完全无色的溴化硼。

二、



在1L烧瓶中装入133.4g三溴化铝(0.5mol)。烧瓶的导管与一个三氟化硼的发生器相联。调节三氟化硼气流使其在30分钟内能导入132g三氟化硼(2mol)。用无焰热源加热烧瓶,升华出的三溴化铝在烧瓶上部与三氟化硼发生反应,同时生成的三溴化硼被蒸馏而出,进入烧瓶的V形管中冷却( $-78^\circ\text{C}$ 以下)。V形管尾部连结一个干燥管,以防吸潮。蒸馏物中含有少量溴,可通过与汞共振荡除去。为了提纯三溴化硼,可再次进行蒸馏。产量87.7g。产率约70%。

**用途** 用作半导体掺杂材料、有机合成催化剂、中间体、溴化剂。制造元素硼及其它有机硼化合物的原料。

**安全与贮存** 三溴化硼受热会爆炸。对人体组织有强烈的刺激作用。其蒸气剧毒。腐蚀性较强。密封贮于棕色瓶内。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 天津化工研究院等编：《无机盐工业手册》，上册，化学工业出版社，235，1979。  
〔2〕 G. Brauer, "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 694, 1960.  
〔3〕 日本化学会编，曹惠民等译，《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，187，1983。

### 溴 化 镉

I-1(5)-0031

Cadmium bromide

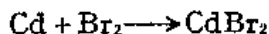
分子式  $\text{CdBr}_2$ 

分子量 272.22

**理化性质** 无色板状结晶。久置或见光逐渐变黄。相对密度 $d^{25}_4$ 5.192。熔点 $567^\circ\text{C}$ 。沸点 $863^\circ\text{C}$ 。易溶于水，溶于乙醇、乙醚、丙酮。水中溶解度：

|                     |      |      |      |       |       |       |
|---------------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 10   | 20   | 45    | 60    | 100   |
| $\text{CdBr}_2, \%$ | 36.0 | 43.0 | 49.7 | 60.35 | 60.45 | 61.65 |

**合成方法**<sup>〔1,2〕</sup>



将金属镉置于烧瓶中，加入氢溴酸，再加大量溴水，使金属镉大部分溶解。将此留有少量剩余金属的溶液过滤后，蒸发至接近饱和，在 $0^\circ\text{C}$ 冷却，可得四水合物结晶。再用水重结晶一次。在加有氢氧化钾的真空干燥器中干燥，得无水溴化镉。

**用途** 用于石印、照相等。

**安全与贮存** 避光，用棕色瓶密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编：“实验化学讲座，9，无机化合物的合成と精制”，丸善株式会社，416，1958。  
〔2〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成(II)”，丸善株式会社，938，1977。

### 溴 化 钙

I-1(5)-0032

Calcium bromide

分子式  $\text{CaBr}_2$ 

分子量 199.90

**理化性质** 无色或白色块状物。相对密度 $d^{20}_4$ 3.353。熔点 $730^\circ\text{C}$ 。沸点 $806\sim 812^\circ\text{C}$ 。长时间暴露在空气中易变黄。强热则失去溴而成石灰。易溶于水。溶于乙醇和丙酮。水中溶解度：

|                     |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 20   | 40   | 105  |
| $\text{CaBr}_2, \%$ | 55.5 | 58.8 | 68.1 | 75.7 |

**合成方法**<sup>〔1,2〕</sup>



将20g(0.2mol)碳酸钙在搅拌下，分次少量加入稀氢溴酸(55mL47%氢溴酸和50mL水)中，同时有二氧化碳逸出。过滤，滤液于水浴上蒸发至液面出现结晶膜。室温下放置，析出结晶为六水合物。迅速吸滤，结晶置于滤纸上干燥。产量25g。

将六水合物加热至熔点温度( $38.2^\circ\text{C}$ )，脱水，于 $50\sim 60^\circ\text{C}$ 加热，再于溴化氢与氢的干

燥混合气流中加热至400℃左右。可得无水溴化钙。

**用途** 用作分析试剂。用于照相与制药。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编：“实验化学讲座，9，无机化合物的合成と精制”，丸善株式会社，162，1958。  
〔2〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，598，1977。

### 溴 化 铯

I-1(5)-0033

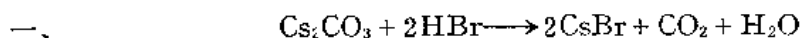
Cesium bromide

**分子式** CsBr

**分子量** 212.80

**理化性质** 白色立方晶体。相对密度4.44。熔点636℃。沸点约为1300℃。易溶于水，溶于乙醇和酸，不溶于酮。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



在2000mL烧杯中放入500g碳酸铯和约800mL水。在不断搅拌下加入40%溴氢酸，此时有大量二氧化碳逸出。加酸要慢，防止反应物溢出。至溶液pH达2~3时，煮沸约30分钟。直至二氧化碳不再冒出，溶液的pH值仍保持为2~3时为止。趁热用氢氧化铯把溶液调至pH为7左右，过滤，蒸发浓缩，冷却，结晶。吸滤析出的结晶，于100℃以下干燥即得成品。



将等摩尔的硫酸铯和溴化钡溶液混合，加热至沸。静置过夜。过滤。滤液蒸浓后冷却结晶。吸滤结晶，干燥即得成品。

**用途** 用作分析试剂。用于制药工业、X射线荧光屏光学片。

**安全与贮存** 有毒。密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕李铭谦编：《国外铷铯工业》，中国工业出版社，172，1965。

### 溴 化 铜

I-1(5)-0034

Cupric bromide

**别名** Copper bromide

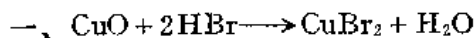
**分子式** CuBr<sub>2</sub>

**分子量** 223.35

**理化性质** 黑色结晶或结晶性粉末。相对密度 $d_4^{20}$ 4.77。熔点498℃。沸点900℃。有潮解性。易溶于水；溶于乙醇和丙酮，不溶于苯。其水溶液在沸腾时即发生部分分解。水中溶解度：

|                       |      |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                 | 0    | 9.9  | 15   | 20   | 25   | 34.8 | 50   |
| CuBr <sub>2</sub> , % | 61.8 | 53.7 | 55.0 | 55.9 | 56.8 | 56.0 | 56.8 |

**合成方法**<sup>〔1,2,3〕</sup>



将氧化铜粉溶于氢溴酸中，直至容器底部剩余少量氧化铜，过滤。在水浴上蒸发到几乎饱和，置于硫酸干燥器中。几天后完全凝固（随时搅动和研碎）。真空中蒸发至干，得溴

化铜。



将100 g 铜粉置于水中，在搅拌下逐渐注入275 g 溴，至容器底部剩余少量铜。冷却，过滤。将溶液蒸发（最好在真空中蒸发），吸滤结晶，迅速置于密封瓶中。

若使用工业溴合成，则在溴化铜溶液蒸发前，先与活性碳共沸，除去有机杂质。

**用途** 用作分析试剂、催化剂。用于照相。

**安全与贮存** 有毒。密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，447, 1964。
- (2) G. Brauer; "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 890, 1962.
- (3) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 232, 1974.

### 溴 化 亚 铜

I-1(5)-0035

Cuprous bromide

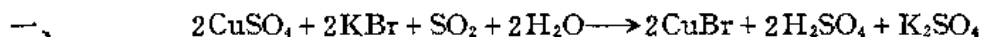
**别名** 一溴化铜 Copper monobromide

**分子式**  $\text{CuBr}$  (或  $\text{Cu}_2\text{Br}_2$ )

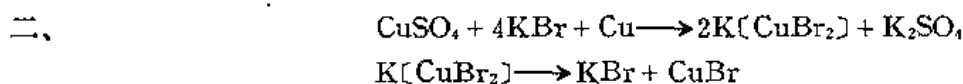
**分子量** 143.45

**理化性质** 白色粉末。相对密度4.98。熔点492℃。沸点1345℃。暴露于日光下变成绿色到暗蓝色。微溶于冷水，在热水中分解；溶于盐酸、氢溴酸及氨水形成络合物；不溶于丙酮、浓硫酸。能被硝酸分解。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



将计算量（按反应式）的五水合硫酸铜与溴化钾用纯水溶解、过滤。在搅拌下通入二氧化硫气体。此时溴化亚铜以细小的黄白色结晶析出。放置过夜。吸滤沉淀，用通有二氧化硫的纯水洗涤5~7次。抽滤，再用含二氧化硫的乙醇洗涤，最后用乙醚洗涤。置硫酸干燥器中，干燥3~4天后，再真空干燥。得溴化亚铜。



取175 g 五水合硫酸铜溶于700 mL 水。向其中加入160 g 溴化钾在400 mL 水中的溶液及400 g 铜粉。将混合物在水浴上加热直至呈现浅绿色溶液。此溶液中含有络合物 $\text{K}[\text{CuBr}_2]$ ，将其滤入盛有10 L 水的大玻璃瓶中，该络合物即分解而析出白色的溴化亚铜沉淀。吸滤，用1%氢溴酸洗涤沉淀直至去净 $\text{SO}_4^{2-}$ 为止，再用乙醇洗涤。最后在不断搅拌下于105~110℃干燥。产量140 g，产率72%。

**用途** 用作有机反应催化剂。

**安全与贮存** 避光密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) G. Brauer; "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2. umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 888, 1962.
- (2) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 232, 1974.



## 无水溴化镁

I-1(5)-0038

Magnesium bromide, anhydrous

分子式  $\text{MgBr}_2$ 

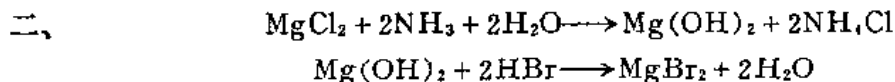
分子量 184.13

理化性质 无色立方晶体。极易吸潮。相对密度 $d_4^{20}$ 3.72。熔点 $711^\circ\text{C}$ 。溶于水和乙醇。水中溶解度:

|                     |       |       |       |       |       |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | -0.8  | 19.9  | 39.8  | 66.1  | 100.0 |
| $\text{MgBr}_2, \%$ | 49.82 | 50.27 | 51.57 | 52.83 | 55.63 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将10g纯镁的旋屑和150mL蒸馏过的无水乙醚置于烧瓶中。烧瓶上装有排气管,其上端接有氯化钙干燥管,以隔绝外界湿气。将烧瓶放在高速振荡器上,烧瓶外用冷水冷却,使烧瓶内温度低于室温。再将纯溴放在另一洗瓶中,加热到 $50\sim 55^\circ\text{C}$ 。用每分钟15mL流速的干燥氮气流将溴蒸气带入装有镁和乙醚的烧瓶底部,使之反应。当溴蒸发约15mL时,使反应停止。将溶液倾入另一干燥的烧瓶中,于 $0^\circ\text{C}$ 以下冷却,析出三乙醚合溴化镁结晶。弃去母液,加入无水的苯,于室温下放置(乙醚与苯的混合物能将杂质溶解,而溴化镁却几乎不溶)。将此混合物冷却至 $0^\circ\text{C}$ ,迅速过滤,结晶用冷至 $0^\circ\text{C}$ 的苯洗涤。将结晶移至烧瓶中,在水泵抽气的情况下,将烧瓶加热至 $150\sim 170^\circ\text{C}$ ,并保持数小时,以使乙醚合溴化镁分解。在水泵抽出绝大部分乙醚后,改用真空泵除去残留的乙醚。得到溴化镁。产率 $60\sim 70\%$ 。纯度 $99.3\sim 99.6\%$ 。



将氨水加入氯化镁溶液中,生成氢氧化镁沉淀。过滤,沉淀用水洗涤至洗涤液中不含卤离子。在氢氧化镁沉淀中加适量水,搅拌,使成悬浊液,通入溴化氢气体,使之反应。溶液加热浓缩,冷却后得到六水合溴化镁结晶。

将六水合物在溴化氢气流中加热脱水,然后在干燥的已除去氧的氮气流中加热,得到无水溴化镁。

用途 用于制备含溴有机化合物与制药工业。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座,8,无机化合物之合成(II)”,丸善株式会社,584,1977。  
 [2] G. Brauer著,何泽人编译:《无机制备化学手册》,上册,增订第二版,558,1972。

## 溴 化 汞

I-1(5)-0039

Mercuric bromide

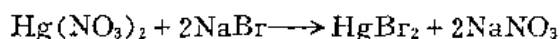
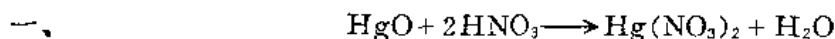
别名 溴化高汞

分子式  $\text{HgBr}_2$ 

分子量 360.40

理化性质 白色结晶。相对密度 $d_4^{25}$ 6.109。熔点 $236^\circ\text{C}$ 。沸点 $322^\circ\text{C}$ 。微溶于冷水;易溶于热乙醇。见光分解。

合成方法<sup>[1,2,3]</sup>



将50mL相对密度1.4的硝酸,加入400mL水中。再将120g黄色氧化汞加入上述溶液中,放置,过滤待用(取少量滤液加入盐酸,检验滤液中是否含有亚汞。若加盐酸后滤液变混浊,则向溶液中加入几滴溴)。另取125~130g二水合溴化钠溶于180~120mL水,将此溶液加到硝酸汞溶液中,直至溴化汞完全析出。此时向溶液中加入溴化钠或硝酸汞均不应出现沉淀。将混合物于暗处放置后,抽滤。沉淀每次用200mL水洗涤至洗涤液中不含 $\text{NO}_3^-$ 为止。将沉淀置于滤纸上,于60~70℃干燥。产量140g。



在通风橱内,将50mL水加到100g汞中,再逐渐加入溴,直至汞完全消失。于暗处抽滤出结晶后,将结晶溶于500mL沸腾的乙醇中,过滤,放置,抽滤出结晶,并于暗处在80~90℃下干燥。产量155~157g。

**用途** 用作分析试剂。用于医药工业。

**安全与贮存** 剧毒。对粘膜、皮肤有刺激性,可引起恶心呕吐。对大鼠口服 $\text{LD}_{50}$ 39mg/kg。避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 308, 1974.
- [2] [日]日本化学会编: "实验化学讲座, 9, 无机化合物的合成与精制", 丸善株式会社, 434, 1958.
- [3] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 970, 1962.

### 溴 化 镍

I-1(5)-0040

Nickelous bromide

**别名** 溴化亚镍

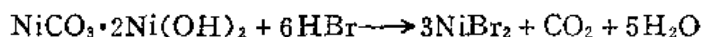
**分子式**  $\text{NiBr}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 326.59

**理化性质** 黄绿色结晶, 易潮解。约200℃失水。无水盐呈金黄色。在真空中能升华。溶于水及乙醇。水中溶解度:

|                                               |    |      |      |      |      |      |
|-----------------------------------------------|----|------|------|------|------|------|
| t, °C                                         | 0  | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{NiBr}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , % | 53 | 56.7 | 59.1 | 60.4 | 60.6 | 60.8 |

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将碱式碳酸镍溶于稍过量的溴氢酸溶液中, 过滤。蒸发到开始析出结晶, 冷却, 析出六水盐。抽干, 可用乙醇重结晶, 得成品。

**用途** 用于制药。

**安全与贮存** 密封保存

### 参 考 文 献

- [1] Gmelin: "Handbuch der Anorganischen Chemie", System-Nr 57, Teil B, 608, 1966.

结晶,再用少量水溶解,并加少量氢氧化钾以除去过量的溴。冷却后,所得结晶经干燥后即成为成品。

二、将粗品溶解成5%的溶液,冷却至10℃,通入适量氯气后,过滤,并用四氯化碳萃取至溶液无色为止。(除去过量的溴)。然后将水相蒸发至其体积的一半,再缓慢冷却至10℃左右。滤出结晶,用95%乙醇洗涤,滤干,于真空下干燥。即得成品。

**用途** 用作分析试剂,点滴分析测定镉,也可作氧化剂。用于食品工业。

**安全与贮存** 本品有毒,吸入体内可引起呕吐、腹泻、以致损害肾脏。为强氧化剂,应避免光,于阴凉处密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Kirk-Othmer: "Encyclopedia of Chemical Technology", Vol. III, Interscience Pub., N. Y., 751, 1964.  
[2] Boyd, Cobble and Wexler: *J. Am. Chem. Soc.*, 74, 237, 1952.

### 溴 化 银

I-1(5)-0044

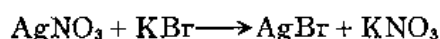
Silver bromide

分子式 AgBr

分子量 187.78

**理化性质** 浅黄色粉末。遇光变暗。相对密度 $d_{25}^{25}$ 6.473。熔点432℃。1300℃以上分解。不溶于水和乙醇;溶于氰化钾、硫代硫酸钠及氯化钠等溶液;略溶于氨水。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将54.4g硝酸银溶于500mL水中并加热至50℃,另取40g溴化钾溶于160mL水中,也加热至50℃后,在不断搅拌下将其慢慢地加入到硝酸银溶液中,即沉出溴化银沉淀。抽滤,水洗,水浴上干燥。产量60g,产率100%。全部操作应在暗室中进行。

**用途** 用作分析试剂,铷的微量分析。用于照相制版、电镀业等。

**安全与贮存** 避光密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва Издательство «Химия», 334, 1974.

### 溴 化 钠

I-1(5)-0045

Sodium bromide

别名 钠溴, Sedoneural

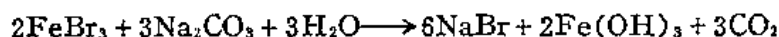
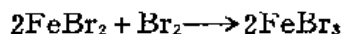
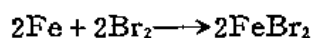
分子式 NaBr·2H<sub>2</sub>O

分子量 138.92

**理化性质** 无色结晶性粉末。有吸潮性。相对密度2.176。51℃失水得无水物。能溶于水;微溶于乙醇。水中溶解度:

|         |      |      |      |       |      |
|---------|------|------|------|-------|------|
| t°, C   | 0    | 25   | 51   | 76.44 | 100  |
| NaBr, % | 44.6 | 48.6 | 53.9 | 54.41 | 54.8 |

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



将50g铁粉和400mL水放入烧瓶中。在充分冷却和振荡下,逐渐加入90g溴。将得到的浅绿色溶液,过滤,滤液置于瓷皿中,加入32g溴。加热至沸,逐渐加入1L含有232g碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )溶液。加完后继续加热一段时间以充分沉淀氢氧化铁。溶液应保持弱碱性,否则应加入少量碳酸钠,再加热数分钟。过滤,用热水洗涤沉淀。滤液浓缩至有结晶出现。冷却,结晶。

**用途** 用作分析试剂、微量分析测定镉。用于合成无机和有机溴化物、照相工业及制药工业。

**安全与贮存** 避光,防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”,丸善株式会社, 470, 1977.  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 250, 1974.

## 无 水 溴 化 钠

I-1(5)-0046

Sodium bromide, anhydrous

**分子式**  $\text{NaBr}$

**分子量** 102.89

**理化性质** 白色结晶或粉末,咸而略带苦味。相对密度 $d_{25}^{20}$ 3.203。熔点 $747^\circ\text{C}$ 。沸点 $1390^\circ\text{C}$ 。易溶于水;微溶于乙醇。在空气中吸收水分但并不潮解。受光照能被空气氧化。

**合成方法** <sup>[1,2]</sup>



用氢溴酸中和碳酸氢钠溶液,得到溴化钠溶液,浓缩后冷却至室温,析出二水合溴化钠。滤出结晶,再以少量水溶解,滴加溴水至刚出现溴的颜色。加热,用硫化氢水溶液脱色,煮沸。在高温时析出无水物结晶,干燥后移入干燥器,于 $110^\circ\text{C}$ 保持一小时。然后在装有氯化钙干燥剂的保干器中冷却。无水物为粉末状或微小晶体,在空气中微吸收水分。欲得完全无水物,可置于氢气流中再次熔融脱水。

**用途** 用作分析试剂。用于合成无机和有机溴化物、照相工业及制药工业。

**安全与贮存** 避光,密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”,丸善株式会社, 470, 1977.  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества” Москва, Издательство «Химия», 250, 1974.

## 溴 化 高 锡

I-1(5)-0047

Stannic bromide

**别名** 四溴化锡 Tin tetrabromide

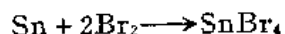
**分子式**  $\text{SnBr}_4$

**分子量** 438.33

**理化性质** 无色易潮解结晶。液体密度 $d_{25}^{20}$ 3.34。熔点 $31^\circ\text{C}$ 。沸点 $202^\circ\text{C}$ 。对热稳定。在水中溶解并分解。溶于乙醇。

**合成方法** <sup>[1,2,3]</sup>

一、



称取24g锡花放入150mL的蒸馏烧瓶中,烧瓶上安装盛有12.5mL液溴的分液漏斗。漏斗下端的玻璃管最好拉成毛细管并插入瓶颈的中间。赶尽烧瓶中的湿气后,滴加溴,速度保持1~2滴/秒。当第一滴溴落到锡上时,观察烧瓶的侧管有无溴蒸气逸出。若有,须停止滴溴并将烧瓶冷却。反应过程中必须始终保持液体温度在溴的沸点(59℃)以下。溴全部加完后,摇动烧瓶,放置5分钟,再加入1g锡,再放置5分钟。如混合物沸腾需将烧瓶冷却。

反应完毕,把分液漏斗换为温度计,微火加热蒸馏瓶,慢慢升温,赶尽未反应的溴,大约在150℃开始沸腾,弃去深色的初馏分,到200℃馏出液变为无色,用干燥的厚壁硬质玻璃试管接收。并严封放置,使四溴化锡结晶。如产品仍微带色,可加入1~2片锡,再蒸馏一次,最后封装于安瓿中。



于室温(或更低温度)缓慢向四氯化锡中加入三溴化硼,可得到几乎定量的四溴化锡。生成的三氯化硼挥发性强,很易除去。

**用途** 用作分析试剂和媒染剂。用于有机合成。

**安全与贮存** 防潮,避光密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] (日)日本化学会编:“实验化学讲座, 9, 无机化合物的合成と精制”,丸善株式会社, 531, 1958.
- [2] H. Γ. 克留乞尼科夫著, 申泮文等译:《无机合成手册》, 高等教育出版社, 177, 1957.
- [3] (日)日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 662, 1977.

## 溴 化 亚 锡

I-1(5)-0048

Stannous bromide

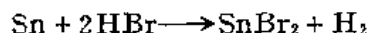
**别名** 二溴化锡 Tin dibromide; Tinbromide

**分子式**  $\text{SnBr}_2$

**分子量** 278.50

**理化性质** 浅黄色结晶或粉末。稍有吸湿性及感光性。相对密度 $d_4^{25}$  5.117。熔点215℃。沸点620℃。在空气中加热时,部分氧化成高锡。与水发生水解。溶于吡啶、乙醇、乙醚和丙酮。

**合成方法** <sup>(1,2)</sup>



将锡粉装入烧瓶中,加入浓溴氢酸后放在沙浴上加热,直至发生的氢气减缓为止。将未溶解的锡分离出去,浓缩滤液至表面形成结晶膜时,冷却,即有黄色针状结晶析出。将结晶放在装有浓硫酸的真空干燥器中干燥后,再装入烧瓶,在氮气流中加热赶净溴化氢。直到形成透明熔融体为止。产物在氮气流中冷却得粗品。将粗品装入石英蒸馏装置中,通氮气蒸馏,收集沸点618℃之馏分即得纯品。

**用途** 用作分析试剂。

**安全与贮存** 避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer 著, 何泽人编译:《无机制备化学手册》, 上册, 增订第二版, 燃料化学工业出版社, 444, 1972.
- [2] (日)日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)”, 662, 1977.

## 溴化锶

I-1(5)-0049

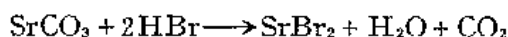
## Strontium bromide

分子式  $\text{SrBr}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 355.53

**理化性质** 无色结晶或白色结晶性粉末。具苦咸味。易潮解。相对密度 $d_4^{25}$ 2.386。88.6℃转化为二水合物。180℃时失去所有的结晶水。无水盐熔点603℃。易溶于水，水溶液呈中性；溶于碱、乙醇；不溶于乙醚。水中溶解度：

|                     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 100  |
| $\text{SrBr}_2, \%$ | 46.0 | 48.3 | 50.6 | 55.2 | 60.0 | 69.0 |

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>

取碳酸锶约1500g，加入1000mL沸水，在不断搅拌下慢慢加入45%氢溴酸，将有大量二氧化碳逸出。加酸速度应适宜，防止溶液溢出。需加溴氢酸共约3500g，直至pH达4左右为止。过滤，蒸发滤液至饱和，冷却至室温，分离出结晶，于低温下干燥，得成品。

**用途** 用作分析试剂。用于制药工业。

**安全与贮存** 本品低毒，对鼠类 $\text{LD}_{50}$ 为1g/kg。易潮解，应在避光下防潮密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编：“实验化学讲座”，9，无机化合物的合成と精制，丸善株式会社，180,1958。  
 [2] J. W. Mellor, “A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry”, Vol. III, Longmans, Green and Co., 725, 1956.

## 溴化锌

I-1(5)-0050

## Zinc bromide

分子式  $\text{ZnBr}_2$ 

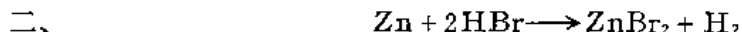
分子量 225.19

**理化性质** 无色结晶或白色粉末。极易吸潮。相对密度 $d_4^{25}$ 4.201。熔点394℃。沸点650℃。易溶于水，水溶液呈酸性。在浓溶液中能产生 $\text{Zn}(\text{ZnBr}_4)$ 复盐。易溶于乙醇、乙醚和丙酮；溶于氨水。水中溶解度：

|                     |       |       |       |       |       |       |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0     | 18    | 40    | 60    | 80    | 100   |
| $\text{ZnBr}_2, \%$ | 79.55 | 81.46 | 85.63 | 86.08 | 86.57 | 87.05 |

**合成方法**<sup>[1,2,3]</sup>

取40g纯锌与过量的溴水作用，在反应过程中须冷却，所得溶液含有过量溴而呈红色。用装有石棉的玻璃漏斗过滤后，在水浴上加热使溴挥发，即得无色溶液。将此溶液冷却至0℃，大部分溴化锌结晶析出。结晶在二氧化碳气流中升华一次，可得极纯的产品。



取少量锌置于石英舟中，将舟放入石英管中，用管式高温炉加热至略高于锌的熔点，在溴化氢气流中加热，即生成溴化锌，并随即升华，沉积于管壁，可得溴化锌。用同样装置再升华提纯一次，即得到无水溴化锌。

**用途** 用于制药工业及照相。

**安全与贮存** 防潮、避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. IV, Longmans, Green and Co., 565, 1928.  
 [2] 龟谷哲治:《无机制造化学》, 上卷, 117~118, 1955.  
 [3] [日]日本化学会编:“实验化学讲座, 9, 无机化合物的合成と精制”, 丸善株式会社, 411, 1958.

## 碘 化 铵

I-1(5)-0051

## Ammonium iodide

分子式  $\text{NH}_4\text{I}$ 

分子量 144.94

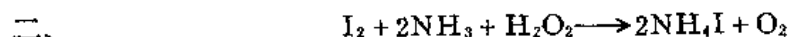
理化性质 无色结晶。相对密度 $d_{25}^{25}$ 2.514。551℃升华。易潮解。易溶于水和乙醇。遇光易分解析出碘而变成黄色。

水中溶解度:

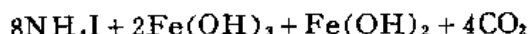
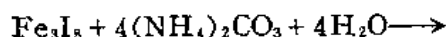
| t, °C                     | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  | 120  |
|---------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| $\text{NH}_4\text{I}, \%$ | 60.7 | 62.0 | 63.3 | 65.6 | 67.6 | 69.6 | 71.4 | 73.2 |

合成方法<sup>[1,2,3]</sup>

在160mL氢碘酸(相对密度1.31)中,在搅拌下加入145mL氨水(化学纯,相对密度0.91)。过滤,滤液置水浴上于80℃蒸浓,不时搅动和加入少许氨水。直至几乎全变为结晶时,冷却。吸滤出结晶。用5~8mL乙醇洗去游离碘。于室温下,放入避光的干燥器(放有氢氧化钾)内干燥,随即装入棕色磨口瓶中。产量85g。



在100g粉碎的升华碘中,加入280mL10%氨水(为理论量的2倍)和600mL3%过氧化氢(过量33%)。反应过程中碘溶解同时有气放出。必要时,补加少量双氧水,直到溶液呈纯黄色。在水浴上于80℃蒸浓。冷却制得无色结晶。



在40g洗净的铁屑中,加入250mL水及120g碘。碘可分10份,每隔10~15分钟加一份,同时搅拌。温度不得超过30~35℃。放置数小时,不时搅拌,制得溶液约为270mL,其相对密度为1.5。

倾出上层溶液,在通风橱内将其加热到40~45℃,在搅拌下加入46g研碎的碳酸铵,直至氢氧化铁沉淀全部析出。放置、过滤,用水洗涤沉淀2~3次。合并滤液和洗液并加入氨水,直至有氨气逸出为止。加入3g活性炭,于80~85℃加热1小时,过滤。所得滤液置水浴上于80℃蒸浓,得碘化铵结晶,产量65g。蒸发母液还可得20~30g纯度较低的制品。

用途 用作分析试剂。用于照相制版及碘化物合成。

安全与贮存 避光、防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer著,何泽人译:《无机制备化学手册》,上册,增订第二版,燃料化学工业出版社,177,1964。  
 [2] Ю. В. 卡尔雅金等著,于忠等译,《无机化学试剂手册》,中国工业出版社,40,1964。  
 [3] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 37, 1974.

## 三 碘 化 砷

I-1(5)-0052

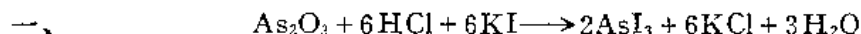
Arsenic triiodide

别名 碘化砷 Arsenous iodide

分子式  $\text{AsI}_3$ 

分子量 455.64

**理化性质** 棕红或红色结晶。相对密度 $d^{18}_4$ 4.39。熔点 $146^\circ\text{C}$ 。沸点 $403^\circ\text{C}$ 。徐缓加热可升华,迅速加热则分解。在空气中渐渐分解成碘和三氧化二砷。溶于水、乙醇、乙醚、苯、三氯甲烷和二硫化碳。

**合成方法** (1,2)

将14g三氧化二砷溶于200mL浓盐酸。再将70g碘化钾溶于70mL水。将两种溶液混合,生成碘化亚砷沉淀。陈化4~5分钟,过滤、干燥。将沉淀再溶于二硫化碳中,重结晶以除去附着的氯化钾。可得碘化砷结晶57g。产率90%。



将碘溶于二硫化碳或乙醚中,加入过量砷粉,在装有回流冷凝器的反应器中加热。砷的颜色消失以后,趁热过滤。冷却即得三碘化砷结晶。将滤液浓缩仍可得到结晶。可用二硫化碳或乙醚重结晶。

**用途** 用作分析试剂,折光率测定的标准物。用于制药工业。

**安全与贮存** 剧毒品。砷化物中毒,主要影响中枢神经系统、毛细血管渗透性和新陈代谢等,对皮肤粘膜有刺激性。避光,用棕色瓶密封保存。

## 参 考 文 献

(1) 日本化学会编曹惠民等译:《无机化合物合成手册》第一卷,化学工业出版社,171,1983。

(2) (日)日本化学会编:“实验化学讲座,9,无机化合物的合成与精制”,丸善株式会社,588,1958。

## 碘 化 钡

I-1(5)-0053

Barium iodide

分子式  $\text{BaI}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 427.18

**理化性质** 无色单斜结晶。相对密度5.15。在 $98.9^\circ\text{C}$ 失去一分子结晶水; $539^\circ\text{C}$ 失去全部结晶水。无水碘化钡在 $740^\circ\text{C}$ 熔融同时分解。易溶于水、乙醇和酮。水中溶解度:

|                    |      |      |      |      |       |       |
|--------------------|------|------|------|------|-------|-------|
| $t^\circ\text{C}$  | 0    | 10   | 25   | 40   | 60    | 87.7  |
| $\text{BaI}_2, \%$ | 62.5 | 64.8 | 68.8 | 69.6 | 70.70 | 72.63 |

**合成方法** (1,2)

将经重结晶精制过的氢氧化钡(由于碘化钡重结晶的收率很低,故需用高纯度的原料)溶于水,加入精制的氢碘酸,至溶液呈弱碱性。过滤(由于吸收空气中的二氧化碳,滤液很容易变混浊)。滤液中加氢碘酸,再加氢氧化钡使滤液pH为5。在有少量游离碘存在的条件下,加热浓缩,至 $140^\circ\text{C}$ 时停止浓缩。冷却至 $30^\circ\text{C}$ ,用有热水保温的离心脱水器脱液。置于真空干燥器中于 $100^\circ\text{C}$ 干燥。得到二水合碘化钡。加热至 $540^\circ\text{C}$ 可得到完全无水物。





为制取无水碘化铋,可在通入氢气和碘化氢的条件下,将碳酸铋和碘化铵共同熔融并使之分解而得到。在低温阶段通入碘化氢,在高温阶段通入氢气。两种气体经过共同阀门,在停止通入碘化氢以前先通入氢气,应绝对防止氧气混入。

**用途** 用于制造其它碘化物。

**安全与贮存** 有毒。避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) [日]日本化学会编:“实验化学讲座,9,无机化合物之合成と精制”,丸善株式会社,196,1958。  
(2) [日]日本化学会编:“新实验化学讲座,8,无机化合物之合成(Ⅱ)”,丸善株式会社,628,1977。

### 三 碘 化 铋

I-1(5)-0054

Bismuth triiodide

**别名** 碘化铋 Bismuth iodide

**分子式**  $\text{BiI}_3$

**分子量** 589.69

**理化性质** 微红黑色有金属光泽的结晶或粉末。相对密度 $d^{15}_4$ 5.778。熔点 $408^\circ\text{C}$ 。沸点 $500^\circ\text{C}$ (分解)。溶于无水乙醇、盐酸、氢碘酸和碘化钾溶液;溶于液氮,不溶于冷水。在热水中慢慢分解为铋氧化物。在 $439^\circ\text{C}$ 升华。

**合成方法** (1,2,3)



将20 g 碘与45 g 细粉状的铋在研钵中研匀,迅速装入曲颈甬中。加热至反应。反应完毕后通入二氧化碳气流于温热的曲颈甬以除去过量的碘。然后在二氧化碳气流中将三碘化铋升华。制备少量时,可将反应混合物装入瓷舟中,在硬质玻璃管中加热,随后将生成的三碘化铋在二氧化碳气流中升华。



将过量的碘溶于氯化亚锡的浓盐酸饱和溶液中,加入三氧化二铋的盐酸饱和溶液。稍待片刻即析出三碘化铋。将结晶置于陶质板上在无水氯化钙上面进行真空干燥。先徐徐加热至熔点以下,然后强热使其升华。即得成品。



用三氯化铋的盐酸溶液与浓的氢碘酸作用,碘化铋沉淀析出。在玻璃漏斗上过滤,用不含氯的浓氢碘酸洗涤后,在真空干燥器中用五氧化二磷干燥。再加热熔融使其在强热下升华。

**用途** 用作分析试剂。用于生物碱或其它碱类的检验。

**安全与贮存** 避光,密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) C. John, B. Bailar: "Inorganic Syntheses", Vol. IV, 114.  
(2) G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart, 264, 1962.  
(3) [日]日本化学会编:“新实验化学讲座,8,无机化合物之合成(Ⅱ)”,丸善株式会社,680,1977。

## 三 碘 化 硼

I-1(5)-0055

Boron triiodide

别名 碘化硼 Boron iodide

分子式  $\text{BI}_3$ 

分子量 391.53

理化性质 无色有光泽晶体。相对密度 $d^{20}_4$ 3.3(50°)。熔点49.9℃。沸点210℃。遇水分解。溶于二硫化碳、苯与四氯化碳。

合成方法<sup>(1)</sup>

在连接有凝结器的烧瓶中放入170 g 碘。将容器抽成真空后通入干燥无氧的氮气。在热浴上缓缓加热,直到内部温度达120~125℃时,分次少量加入硼氢化锂( $\text{LiBH}_4$ ),反应进行十分猛烈。生成的碘化硼导入凝结器中于-78℃冷凝。移开此凝结器,向其中加入纯净二硫化碳,直至凝结物溶解。然后加入汞和锌粉用以还原由升华带出的碘。待溶液褪色后,任其Hg、Zn沉降。然后抽成高度真空,使二硫化碳彻底挥发除去。即得粗制碘化硼。将此粗品慢慢加热,令其升华至另一个凝结器(-78℃)中,再进入至与之相连的第二个凝结器(-184℃),最后得到纯净的白色晶体。

上述反应如在己烷中进行,并使用过量的硼氢化锂,则反应可在室温下进行。

用途 用于制备元素硼。

安全与贮存 密封于玻璃安瓶中。

## 参 考 文 献

[1] G. Brauer著,何泽人编译:《无机制备化学手册》,上册;增订第二版;燃料化学工业出版社,474,1972。

## 碘 化 镉

I-1(5)-0056

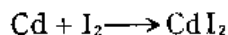
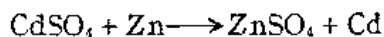
Cadmium iodide

分子式  $\text{CdI}_2$ 

分子量 366.21

理化性质 白色或浅黄色结晶性粉末。相对密度 $d^{20}_4$ 5.670。熔点387℃。沸点796℃。见光或露置空气中易变黄。易溶于水、甲醇、乙醇和丙酮。微溶于氨水。水中溶解度:

|                    |       |       |       |       |      |      |       |
|--------------------|-------|-------|-------|-------|------|------|-------|
| t/℃                | 0     | 15    | 20    | 40    | 60   | 80   | 100   |
| $\text{CdI}_2$ , % | 44.05 | 45.36 | 45.85 | 47.95 | 50.1 | 52.6 | 55.55 |

合成方法<sup>(1)</sup>

将26 g 结晶硫酸镉溶于100 g 水中,再放入数根纯锌棒。经过一天后,全部镉成为海绵状沉淀(取少量溶液通入硫化氢,可证实溶液中仅存极少量镉离子)。将沉淀的镉用沸水洗涤后,放入小烧瓶中,加入50 mL 水,慢慢加入24 g 碘,装上回流冷凝器,回流1~2小时,使镉全部溶解。如要除去剩余碘,可卸去回流冷凝器煮沸至溶液近于无色,过滤,浓缩滤液,析出结晶。

用途 用于测定生物碱和亚硝酸盐的试剂、照相和医药工业。

安全与贮存 避光、密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，939，1977。

## 无 水 碘 化 钙

I-1(5)-0057

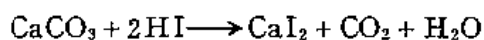
Calcium iodide, anhydrous

分子式  $\text{CaI}_2$ 

分子量 293.89

理化性质 浅黄色结晶。相对密度  $d_4^{25}$  3.956。熔点  $784^\circ\text{C}$ 。沸点约  $1100^\circ\text{C}$ 。有潮解性。在空气中吸收二氧化碳而分解。易溶于水，溶液呈中性；溶于乙醇和丙酮。见光分解。水中溶解度：

|                    |      |      |      |      |      |
|--------------------|------|------|------|------|------|
| $t/^\circ\text{C}$ | 0    | 10   | 20   | 60   | 100  |
| $\text{CaI}_2, \%$ | 64.6 | 66.0 | 67.6 | 74.0 | 90.0 |

合成方法<sup>〔1〕</sup>

将35g沉降碳酸钙置于瓷烧杯中，加入20mL水，然后沿杯壁逐滴加入约53mL氢碘酸。待碳酸钙完全溶解后，加入稀氢氧化钙溶液，调节溶液的pH至6~6.5。加硫化氢水溶液使碘褪色。如有沉淀产生则过滤除去。将瓷烧杯置于石棉网上加热浓缩。烧杯上横放一圆底烧瓶，用来代替表皿，防止蒸发的水汽冷凝并回滴到烧杯中使蒸发速度减慢，从而促使产物分解。加热至溶液温度达  $240^\circ\text{C}$  时，停止加热。在浓缩过程中溶液有时略呈红色，不影响产品质量。

取一瓷蒸发皿，用沾有硅油的布充分擦拭后，将浓溶液倾入，并置于不锈钢的真空容器中冷却。按此法应制得三水合物，但通常为2.8~3.0或3.5水合物。

制备无水碘化钙，可向三水合物中加入固体碘化铵，其重量为三水合碘化钙的10~15%。在氢气流中于  $250^\circ\text{C}$  加热，使晶体溶于结晶水中。将空气充分赶尽后，升温到约  $700^\circ\text{C}$ ，熔融。可得到有鲜明光泽的结晶。

用途 用作分析试剂。用于照相及制药工业。

安全与贮存 避光、密封并有干燥剂存在下保存。勿使与二氧化碳和水汽接触。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，599，1977。

## 碘 化 亚 铜

I-1(5)-0058

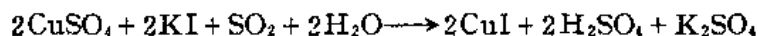
Cuprous iodide

别名 Copper iodide

分子式  $\text{CuI}$ 

分子量 190.45

理化性质 白色或灰白色粉末或结晶。见光分解。相对密度 5.63。熔点  $588\sim 606^\circ\text{C}$ 。沸点  $1290^\circ\text{C}$ 。微溶于水，不溶于稀酸和乙醇；溶于氨水、碱金属的氰化物、硫代硫酸盐及碘化物。能被浓硫酸和硝酸分解。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

将五水合硫酸铜和碘化钾按比例配成混合溶液，通入稍过量的二氧化硫即得白色沉淀。

用含有二氧化硫的水洗涤,在隔绝空气下先后用无水乙醇和无水乙醚洗涤,抽干,在真空中让乙醚挥发。为了除去残存的水分,最好在高真空中加热至110℃。最后升温至400℃即得成品(在110℃干燥的产品混有少许碘,400℃时碘挥发除去)。

**用途** 用作有机反应催化剂、阳极射线管覆盖物、动物饲料的碘源与碘化汞制作温度指示剂,用于汞的微量分析。

**安全与贮存** 避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer, "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 888~889, 1962.

### 碘 化 锂

I-1(5)-0059

Lithium iodide

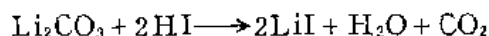
**分子式**  $\text{LiI} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 187.89

**理化性质** 无色或微黄结晶(因长期暴露在空气中或见光析出碘而变黄)。易潮解。相对密度3.48。73℃失去一分子结晶水。80℃失去二分子水,300℃时成为无水物。溶于水、乙醇及丙酮。水中溶解度:

|        |      |      |      |      |      |      |
|--------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C  | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| LiI, % | 60.2 | 62.2 | 64.2 | 66.9 | 81.3 | 82.8 |

**合成方法** <sup>[1,2]</sup>



取碳酸锂740g(或氢氧化锂)加水1000mL,在不断搅拌和加热下,小心加入45%氢碘酸。有大量二氧化碳产生,加酸速度应适宜,防止反应物溢出。当溶液pH达3左右,煮沸约半小时,用氢氧化锂调pH至7~8。过滤,蒸发滤液至温度升高到136℃时为止。冷却、结晶。

**用途** 用于照相工业和制药工业。

**安全与贮存** 本品属低毒产品,易潮解。应在避光、避免其它氧化性或酸性气氛的干扰下密封贮存。

### 参 考 文 献

- [1] J. W. Mellor, "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. II, Longmans, Green and Co, 596, 1956.  
[2] R. O. Bach; U. S. Pat. 3,402,995 (cl 23~39) 24, Sept. (1968), Appl. 22 Dec. (1965).

### 红 色 碘 化 汞

I-1(5)-0060

Mercuric iodide, red

**别名** 二碘化汞 Mercury biniodide;

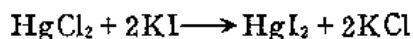
Mercury iodide, red

**分子式**  $\text{HgI}_2$

**分子量** 454.90

**理化性质** 朱红色结晶性粉末。相对密度 $d_4^{25}$ 6.36。在127℃时转变为黄色碘化汞(黄色碘化汞沸点354℃)。几乎不溶于水;溶于乙醇、乙醚、丙酮、二硫化碳及硫代硫酸钠和碘化钾溶液。常温下稳定。

## 合成方法 (1,2)



将60g氯化汞加热溶于1.25L水中, 过滤冷却。将75g碘化钾溶于250mL水中, 在搅拌下加入到氯化汞溶液中。放置过夜。沉淀用倾析法洗涤, 用布氏漏斗过滤, 洗涤至不含氯离子。于70~80℃干燥。产量93g, 产率约100%。

**用途** 用作分析试剂。钯的微量分析。用于医药与奈氏试剂的配制。

**安全与贮存** 有毒。避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 309, 1974.  
(2) (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(II)", 丸善株式会社, 947, 1977。

## 碘 酸 钾

I-1(5)-0061

Potassium iodate

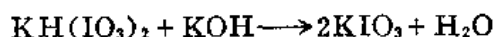
分子式  $\text{KIO}_3$ 

分子量 214.00

**理化性质** 无色结晶或白色结晶性粉末。无嗅。相对密度 $d_4^{25}$ 3.93。熔点560℃(部分分解)。溶于水、碘化钾; 不溶于乙醇。有强氧化性。水中溶解度:

| t, °C              | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
|--------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| $\text{KIO}_3, \%$ | 4.40 | 5.90 | 7.48 | 11.2 | 15.5 | 19.9 | 24.4 |

## 合成方法 (1,2)



将200g工业碘酸氢钾溶于1100mL水中, 将溶液加热至70~80℃, 逐渐加入30%的工业氢氧化钾溶液, 直至溶液对石蕊呈碱性反应为止。过滤, 静置过夜。吸滤析出之结晶并用40mL水洗涤。

母液中加入100g碘酸氢钾, 再加入30%的氢氧化钾溶液, 至呈碱性反应为止。过滤并使其结晶, 将母液蒸发至出结晶膜, 冷却结晶。

将以上结晶的碘酸钾溶于热水中, 过滤、冷却结晶, 得成品。母液可循环使用。

**用途** 用作分析试剂及氧化剂。

**安全与贮存** 本品为强氧化剂, 应于阴凉通风处避光密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译: 《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 228, 1964。  
(2) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 130, 1974。

## 碘 酸 氢 钾

I-1(5)-0062

Potassium hydrogen iodate

**别名** 重碘酸钾 Potassium biiodate; 酸性碘酸钾 Potassium acid iodate

分子式  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ 

分子量 389.91

**理化性质** 无色结晶。微溶于水, 水溶液呈酸性; 不溶于乙醇。遇还原物质易分解, 并析出碘。

## 碘化钾

I-(5)-0064

Potassium iodide

别名 灰碘 Knollide

分子式 KI

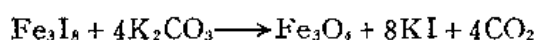
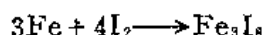
分子量 166.01

理化性质 无色或白色立方结晶或粉末。相对密度 3.13。熔点 581℃。沸点 1330℃。在潮湿空气中轻微潮解。在空气中久置或见光能析出游离碘而变黄。易溶于水，水溶液氧化也会变黄。水中溶解度：

|       |      |      |      |      |
|-------|------|------|------|------|
| t, °C | 0    | 20   | 40   | 100  |
| KI, % | 56.0 | 59.0 | 61.5 | 67.5 |

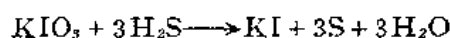
合成方法<sup>[1]</sup>

一、



在250mL烧瓶中加入7~8g铁屑及50mL水，在不断搅拌下分次少量加入25g碘。将混合物稍加热至碘完全溶解，溶液呈深黄色或绿色。分出铁屑，将溶液加热至沸并倾入由17g碳酸钾溶于50mL水的沸腾溶液中，由于四氧化三铁析出而变为浑浊。过滤。滤液应无色并不含铁，否则再加入少量碳酸钾。过滤后用水洗涤沉淀，洗液并入滤液后，加热至沸并重新过滤。蒸发滤液至出结晶膜，冷却，结晶。吸滤出结晶，并用少量水洗涤，产量25~30g。母液可循环使用。

二、



将工业碘溶于30%的氢氧化钾溶液中，通入硫化氢直至饱和。溶液用硫酸酸化后，置水浴上加热，除尽硫化氢气味。再用碳酸钡除去 $\text{SO}_4^{2-}$ 。过滤，用水洗涤沉淀。合并滤液和洗液，蒸发至析出结晶。冷却，吸滤出结晶，干燥，得成品。

三、取40g氢氧化钾溶于100mL水，于8~10℃加入30%过氧化氢46mL。另取100g碘及125g碘化钾溶于150mL水。在20℃下缓慢加入过氧化氢溶液。稍待片刻，重复加入按上述方法配制的过氧化氢溶液，直至碘消失为止（溶液由红到黄的急剧变色）。然后在溶液中加入10g活性炭和适量氢氧化钡或碳酸钡除去 $\text{SO}_4^{2-}$ 。过滤，蒸发使之结晶。在利用母液的情况下，产率可达97%。

用途 用作分析试剂、感光乳化剂及饲料添加剂。用于制药工业。

安全与贮存 避光、防潮，密封保存。

## 参考文献

- [1] Ю.В.Карякин и И.И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 128, 1974.

## 碘化银

I-1(5)-0065

Silver iodide

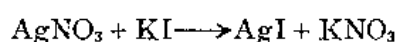
分子式 AgI

分子量 234.77

理化性质 亮黄色无定形粉末。见光逐渐变黑。熔点 558℃。沸点 1506℃。几乎不溶于水、

氨水及稀酸。溶于浓碘化钾、硫代硫酸钠溶液和甲胺中。

### 合成方法<sup>(1,2)</sup>



将50 g 硝酸银溶于50 mL水并加热到50℃。另取47.5 g 碘化钾溶于95 mL水也加热至50℃。趁热加到热的硝酸银溶液中。抽滤，沉淀用水洗涤后，在水浴上蒸干（全部操作均应在暗室或红光下进行）。产量68 g。产率98%。

**用途** 用作分析试剂，可用于铯的微量分析、照相业、制药工业及人工降雨。

**安全与贮存** 低温避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю.В.Карякин и И.И.Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 336, 1974.  
(1) [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(II)", 丸善株式会社, 925, 1977.

## 碘 酸 钠

I-1(5)-0066

Sodium iodate

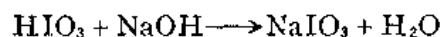
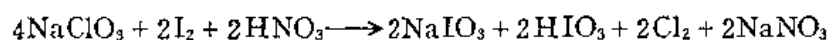
**分子式**  $\text{NaIO}_3$

**分子量** 197.89

**理化性质** 白色结晶或结晶性粉末。相对密度  $d_{4}^{17.5}$  4.277。受热则分解。溶于水、丙酮和乙酸；不溶于乙醇。有氧化性。水中溶解度

|                     |      |       |       |      |      |      |
|---------------------|------|-------|-------|------|------|------|
| t, °C               | 0    | 19.85 | 40    | 60   | 80   | 100  |
| $\text{NaIO}_3$ , % | 2.42 | 7.83  | 11.71 | 16.5 | 21.0 | 24.8 |

### 合成方法<sup>(1)</sup>



将125 g 氯酸钠置于5 L 烧杯中，加500 mL水，加热至45℃，使之溶解。加2 mL 浓硝酸和100 g 碘。开始时稍加热，当反应激烈进行时，用水冷却。碘全部反应约需10~15分钟。得到碘酸钠及其酸式盐的混合溶液。搅拌下加热此溶液，使氯气完全逸出后，用氢氧化钠或碳酸钠溶液中和，则有碘酸钠结晶析出。冷却，过滤，得到约85 g 碘酸钠粗品。

将上述碘酸钠溶于3.5倍的热水中，进行重结晶。所得结晶于150℃干燥，即得纯品。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂。用于制药工业。

**安全与贮存** 本品有毒，对狗的静脉注射LD<sub>50</sub> 200 mg/kg。远离有机物、易燃物。避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(II)", 丸善株式会社, 479, 1977.

## 高 碘 酸 钠

I-1(5)-0067

Sodium periodate

**别名** 偏高碘酸钠 Sodium metaperiodate

**分子式**  $\text{NaIO}_4$

**分子量** 213.89

**理化性质** 无色立方结晶或白色结晶性粉末。相对密度4.174。于300℃熔融并分解。溶于

水、硫酸、硝酸和乙酸。水中溶解度:

|                     |      |    |       |      |      |      |
|---------------------|------|----|-------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 5.8  | 15 | 25    | 35   | 44.2 | 51.5 |
| $\text{NaIO}_4, \%$ | 3.93 | 72 | 12.62 | 21.5 | 24.9 | 28.0 |

#### 合成方法<sup>(1)</sup>



取100 g 原过碘酸二氢三钠 ( $\text{Na}_3\text{H}_2\text{IO}_6$ ), 加200 mL水和55 mL 浓硝酸, 搅拌使之溶解。若溶液不透明, 用玻璃砂芯漏斗过滤。溶液于水浴上浓缩至有结晶析出, 再于25℃左右放置24小时, 得到较大的无水物结晶。快速过滤, 用水洗涤结晶, 于110℃干燥, 得高碘酸钠。产率60~80%。

用途 用作分析试剂及氧化剂。

安全与贮存 本品有强氧化性, 勿与有机物或易燃物接触。置阴凉处密封保存。

### 参 考 文 献

(1) [日]日本化学会编: “新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 474, 1977。

### 碘 化 钠

I-1(5)-0068

Sodium iodide

别名 Ioduril

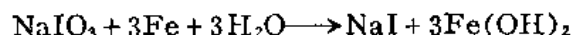
分子式  $\text{NaI} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

分子量 185.92

理化性质 无色结晶。有潮解性, 在干燥空气中风化。在空气或水溶液中逐渐析出碘而变黄。相对密度 $d_{20}^{20}$  2.448。熔点752℃。易溶于水, 水溶液呈弱碱性, 溶于乙醇。水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{NaI}, \%$    | 61.4 | 64.1 | 67.2 | 72.0 | 74.7 | 75.1 |

#### 合成方法<sup>(1), (2)</sup>



取150 g 相对密度1.4的氢氧化钠, 加热70~80℃, 在强力搅拌下分次少量加入150~170 g 碘, 至溶液呈弱碱性。反应过程中溶液温度不得超过90℃。反应终了时溶液为棕色, 但不应留有固体碘。将溶液冷却至10~20℃, 析出碘化钠结晶。倾去上层母液, 以等量水稀释之。加入长条状铁使之布满全部溶液中, 加入约10 g 碘, 煮沸30~40分钟。向溶液中加入1~2滴硫酸, 若无褐色出现, 证明全部 $\text{IO}_3^-$ 均还原成 $\text{I}^-$ 。

若溶液中含有 $\text{SO}_4^{2-}$ 时, 加几滴碘化钡溶液, 使硫酸钡完全沉淀。滴加氢氧化钠溶液, 使溶液呈弱碱性, 煮沸后, 放置6~8小时。

若溶液中有重金属杂质, 可加2~3 mL 新制备的硫化氢水, 使之生成沉淀除去。过滤, 滤液浓缩至表面有结晶膜出现, 在不时搅拌下冷却, 抽滤, 结晶于70~90℃干燥, 产量150~170 g。

用途 用作分析试剂、微量分析测定钡、铂、铈, 碘的助溶剂。用于制药工业。

安全与贮存 有毒。对大鼠静脉注射MLD1.3g/kg。避光, 密封保存。



出螺旋状的锌，用瓷铲刮下上面的碘化锌。继续蒸发，并每隔10分钟摇动一次，到不再有水滴出为止，将得到的松散产品立即转移到磨口棕色瓶中。产量约110g，产率87%。

用途 分析亚硝酸盐、游离氯和其它氧化剂的试剂。

安全与贮存 防潮、避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 399, 1974.  
〔2〕 (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 934, 1977.

## 氰 化 汞

I-1(5)-0071

Mercuric cyanide

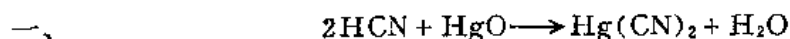
别名 二氰化汞; 氰化高汞; Mercury cyanide

分子式  $\text{Hg}(\text{CN})_2$

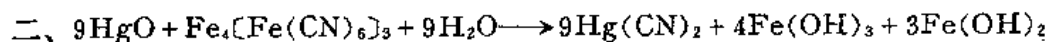
分子量 252.63

理化性质 白色晶体。见光颜色变暗。相对密度3.996。成薄层的氰化汞粉末在加热时可完全挥发。块状晶体在试管中加热时先崩解，随即熔融分解为汞和氰。能溶于水、乙醇及甲醇；难溶于乙醚。

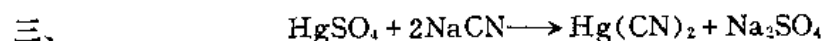
合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



在通风良好的通风橱内，将新制备的氢氰酸（剧毒！）置于烧瓶中，加入黄色氧化汞，直至溶液对石蕊试纸呈强碱性。过滤，滤液中加氢氰酸，此时溶液呈氰化氢臭味，并呈酸性。加热浓缩，冷却。过滤析出的结晶。即得氰化汞。



将重量比为1:1的氧化汞和亚铁氰化铁加到5倍重的水中。在水浴上加热数小时。过滤，除去氢氧化铁沉淀后，浓缩滤液，冷却。过滤析出的结晶，得到氰化汞。



在通风良好的通风橱内，将10g氰化钠（或13g氰化钾）溶于75mL水中，过滤后加热至40℃。在搅拌下，分次少量（1~3g）加入30g硫酸汞。得到糊状物，用热乙醇处理，氰化汞溶解而硫酸钠不溶。过滤，于水浴上蒸发滤液中的乙醇。残渣用热水溶解，过滤，浓缩滤液至原体积的1/2时，冷却，过滤析出的结晶。得到氰化汞。

用途 用作分析试剂。

安全与贮存 剧毒，慎勿与人体直接接触。避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 948, 1977.  
〔2〕 Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译: 《无机化学试剂手册》，中国工业出版社, 615, 1964.

## 氰 化 钾

I-1(5)-0072

Potassium cyanide

别名 山奶钾

分子式  $\text{KCN}$

分子量 65.12

**理化性质** 无色结晶或白色颗粒或熔块。有潮解性。相对密度  $d^{25}_4$  1.52。熔点  $634.5^\circ\text{C}$ 。暴露在空气中逐渐被二氧化碳湿气分解。溶于水,水溶液呈强碱性,0.1N pH值为 11.0。溶于乙醇,甲醇和甘油。水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 15   | 50   | 103  |
| KCN, %              | 38.6 | 41.7 | 45.4 | 53.0 |

**提纯方法**<sup>[1,2]</sup> 取100 g工业氰化钾溶于200 mL水,将11.5 g氧化钙制成糊状的氢氧化钙,加入到氰化钾溶液中,用以除去碳酸钾等杂质。充分搅拌后,放置1小时,过滤。滤液应透明,往其中加入几毫升硫化氢水以除去重金属。过滤,滤液用减压蒸馏、蒸至瓶中物析出结晶呈糊状。停止加热,冷却,吸滤出氰化钾纯品,于干燥器中干燥。本品剧毒!操作须在通风橱中进行,切勿沾在衣服或皮肤上。

**用途** 用作分析试剂、掩蔽剂、杀虫剂及照相定影剂。用于有机合成、电镀业、矿石中提取金和银等。

**安全与贮存** 本品为剧毒品,接触皮肤伤口或吸入微量粉末引起中毒死亡,对大鼠静脉注射 LMD 2.5 mg/kg。狗口服 LD<sub>50</sub> 1.6 mg/kg。应防潮、避光密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著,于忠等译:《无机化学试剂手册》,中国工业出版社,269,1964。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 146, 1974.

### 氰 化 银

I-1(5)-0073

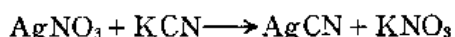
Silver cyanide

分子式 AgCN

分子量 133.84

**理化性质** 白色或浅灰色粉末。相对密度 3.95。不溶于水和醇;溶于氨水、硫代硫酸钠和氰化钾溶液中。遇光则变为褐色,在隔绝空气时加热到  $320^\circ\text{C}$  即分解。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



按反应式计算量,分别称取硝酸银和氰化钾,加水制成溶液(I)和溶液(II)。然后将溶液(II)逐步加入在溶液(I)中,不断搅拌,即析出氰化银沉淀,过滤,用水洗净,烘干,即为成品。

在以上操作中必须注意以下几点:

1. 氰化钾为剧毒品,操作要细心。加入氰化钾的数量严格按化学式计量。

2. 所用氰化钾原料中如含有氰酸钾及碳酸钾,可将制得的氰化银用稀硝酸浸泡一段时间后,过滤、水洗即可除去。但原料中不允许含有  $\text{Cl}^-$  及  $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$  离子,它们与银离子反应同样生成沉淀而混入氰化银中,难于提纯。

**用途** 用作分析试剂,用于制药工业及电镀业。

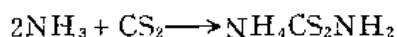
**安全与贮存** 剧毒。避光密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金著,于忠等译:《纯化学试剂》,下册,高等教育出版社,706,1956。  
[2] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(II)”,丸善株式会社,929,1977。

由于二硫化碳蒸汽极易燃烧, 与空气混合有爆炸危险, 故上述操作应在有良好通风的通风橱内进行。

二、



将600 g 95%的乙醇、800 g 相对密度为0.912的氨水和350~400 g 二硫化碳在烧瓶中混合, 充分振荡后, 放置。反应需数日方能完成。将所得的暗褐色溶液置于瓷皿中, 徐徐蒸发, 使氨、硫化铵和乙醇逸出, 并有大量硫游离出来。至溶液无色时, 立即过滤。冷却, 结晶。所得粗品用热水重结晶。

**用途** 用作分析试剂。用于测定银、汞和微量铁。用作除锈剂。用于硫氰酸盐的合成、棉织品印花。

**安全与贮存** 防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 47, 1964。  
[2] [日]日本化学会编:“实验化学讲座, 9 无机化合物的合成と精制”, 丸善株式会社, 136, 1958。

### 硫 氰 酸 钾

I-1(5)-0076

Potassium thiocyanate

**别名** 硫氰化钾 Potassium sulfocyanide; Potassium sulfocyanate; Potassium rhodanide

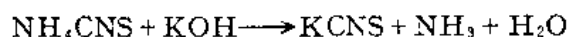
**分子式** KCNS

**分子量** 97.18

**理化性质** 无色结晶。有潮解性。相对密度 $d^{14}_4$ 1.886。熔点173.2℃。500℃分解。易溶于水, 水溶液呈中性; 溶于丙酮、乙醇和液氮。水中溶解度:

| $t, ^\circ\text{C}$ | 0     | 20    | 25    | 66.7  | 99    |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| KCNS, %             | 63.90 | 68.45 | 70.50 | 80.34 | 87.04 |

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将500g试剂硫氰酸铵溶于250mL水中, 另将368g试剂氢氧化钾溶于400mL水中。在通风和搅拌下将此二溶液混合, 于80~85℃加热直至不再排出氨。过滤, 将滤液蒸发至出现结晶膜。冷却, 吸滤析出的结晶, 于30~40℃干燥。产量400~440g, 产率62~70%。

**用途** 用作分析试剂。用于制造人造芥子油、纤维印染、制药工业以及照相、致冷等。

**安全与贮存** 有毒, 刺激皮肤。对大鼠口服LD<sub>50</sub>850mg/kg; 对大鼠皮下注射LD1.0g/kg。应防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Хемия», 137, 1974.

### 硫 氰 酸 钠

I-1(5)-0077

Sodium thiocyanate

**别名** 硫氰化钠 Sodium sulfocyanide; Sodium sulfocyanate; Sodium rhodanate; Sodium rhodanide

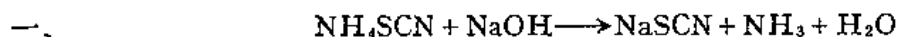
**分子式** NaSCN

**分子量** 81.07

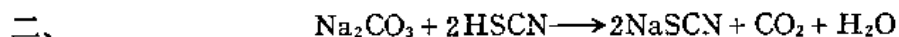
**理化性质** 无色或白色结晶。熔点287℃。有潮解性。易溶于水，溶解时温度显著下降。溶于乙醇和丙酮。水中溶解度：

|                     |       |       |       |       |       |       |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 10.7  | 25.0  | 46.1  | 65.8  | 81.8  | 101.4 |
| $\text{NaSCN}, \%$  | 52.98 | 58.78 | 64.03 | 65.46 | 66.89 | 69.29 |

#### 合成方法<sup>(1)</sup>



向硫氰酸铵溶液中加入等当量的氢氧化钠，置于磁皿中，加热至不再产生氨气并有结晶析出为止。过滤，结晶用乙醇和丙酮各重结晶一次。也可以用水和乙醇各重结晶一次。离心除去液体，结晶于130℃干燥，为成品。



将碳酸钠加入到硫氰酸溶液中，将此溶液于水浴上浓缩，然后置于硫酸干燥器中，使结晶析出。得成品。

**用途** 用作分析试剂，用于染色和医药工业。

**安全与贮存** 有毒。对大鼠经口 $\text{LD}_{50}$ 764mg/kg。对小鼠的静脉注射 $\text{LD}_{50}$ 484mg/kg。

#### 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座”，8，无机化合物合成(Ⅱ)，丸善株式会社，518，1977。

#### 铁 氰 化 钾

I-1(5)-0078

#### Potassium ferricyanide

**别名** 高铁氰化钾；赤血盐 Red prussiate of potash; Potassium prussiate red; Potassium hexacyanoferrate(Ⅲ)

**分子式**  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$

**分子量** 329.26

**理化性质** 深红色柱状结晶。相对密度 $d^{25}_4$ 1.85。溶于水和丙酮不溶于乙醇。遇酸或受热分解。遇亚铁盐生成深蓝色沉淀（滕氏兰）。水中溶解度：

|                                        |       |       |       |       |       |       |       |
|----------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$                    | 0.1   | 15.7  | 22.1  | 39.9  | 58    | 81    | 99    |
| $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6, \%$ | 30.24 | 43.58 | 47.22 | 59.27 | 69.78 | 80.82 | 90.83 |

**提纯方法**<sup>(1,2)</sup> 取130~135g工业铁氰化钾在低于70℃时溶于350mL水中。过滤，冷却，吸滤所析出的结晶，洗涤。在室温下干燥，产量50g，产率约37~38%。

**用途** 用于胶片洗印、无机络合物的合成、电镀、印染业。用作分析试剂。

**安全与贮存** 避光、密封保存。

#### 参 考 文 献

〔1〕Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，223，1964。

〔2〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство «Химия》，127，1974。

#### 亚 铁 氰 化 钾

I-1(5)-0079

#### Potassium ferrocyanide

**别名** 黄血盐 Yellow prussiate of potash; Potassium prussiate yellow; Potassium hexacyanoferrate(Ⅱ)

**分子式**  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 422.41

**理化性质** 浅黄色单斜晶系结晶。相对密度  $d^{17}_4$  1.85。70℃失去结晶水。溶于水和丙酮；不溶于乙醇。遇卤素、过氧化物则形成赤血盐。水中溶解度（无水盐）：

| t, °C                                  | 0    | 10   | 20   | 30   | 50   | 70   | 80   | 99.6  |
|----------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|-------|
| K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> , % | 12.5 | 17.4 | 22.0 | 26.0 | 32.6 | 38.2 | 40.1 | 42.63 |

**提纯方法**<sup>(1,2)</sup> 将 100 g 工业三水合亚铁氰化钾溶于 100 mL 水中，加入氢氧化钡沉淀除去 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>。过滤，滤液蒸浓至相对密度为 1.2 时，加入少许活性炭，过滤冷却。吸滤析出的结晶，用 5 mL 水洗涤，在室温下干燥，产量 70~73 g。

**用途** 用作分析试剂。也用作钯、银、钨、铀等的点滴分析及显影剂。用于医药工业、制造油漆和颜料等。

**安全与贮存** 本品在酸性条件下，特别是加热时，能分解出剧毒的氰氢酸。应避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，220，1961。  
(2) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：「Чистые химические вещества」，Москва，Издательство «Химия」，126，1974。

## 第六节 氧族元素的盐类

### 硫 酸 铝

I-1(6)-0001

Aluminum sulfate

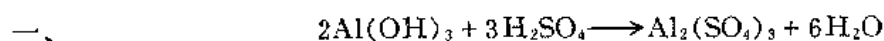
分子式 Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O

分子量 666.43

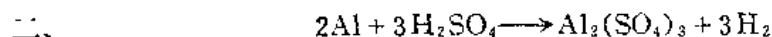
**理化性质** 无色单斜结晶。相对密度  $d^{17}_4$  1.69。86.5℃时失去部分结晶水；250℃失去全部结晶水，形成白色粉末。约 600℃分解生成三氧化铝。易溶于水，水溶液呈酸性（水解）；不溶于乙醇。水中溶解度：

| t, °C                                               | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 100  |
|-----------------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> , % | 23.8 | 25.1 | 26.7 | 31.4 | 37.2 | 47.1 |

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>



向 189 g 纯浓硫酸与 140 mL 水所作成的溶液中，逐渐加入 100 g 纯的干燥氢氧化铝，反应进行时强烈放热。反应完毕并经冷却后，即生成白色多孔的十八水合硫酸铝。产量约 425 g。



将 1 份重量的铝粉溶解在 40 份重的 10% 硫酸中，反应进行比较缓慢，需加热保温 4~5 小时，并不时补充所损失的水分。或将反应物装入带回流冷凝器的烧瓶中煮沸数小时。滤去未溶解的铝及杂质，略加酸化，蒸发至原有体积的 2/3，冷却至 10℃，吸滤出结晶，干燥，得成品。

**用途** 用作分析试剂、媒染剂、防水剂、油脂脱色剂。用于制革造纸及制药工业。

**安全与贮存** 置于干燥处密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：「Чистые химические вещества」，Москва，Издательство «Химия」，28，1974。  
(2) Н. Г. 克留乞尼科夫著，申译文等译：《无机合成手册》，高等教育出版社，244，1957。

## 硫酸铝铵

I-1(6)-0002

Ammonium aluminium sulfate

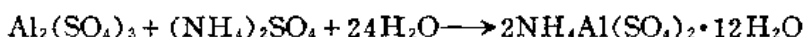
别名 铵明矾 Ammonium alum; 铝铵矾 Aluminium ammonium sulfate

分子式  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 453.31

理化性质 无色结晶或白色粉末。相对密度1.64。熔点  $93.5^\circ\text{C}$ 、 $120^\circ\text{C}$ 失去10分子结晶水。 $250^\circ\text{C}$ 为无水物。强烈灼烧则分解成三氧化二铝，同时挥发出水，三氧化硫和氨气。溶于水；不溶于乙醇。水中溶解度

| $t, ^\circ\text{C}$                       | 0    | 20   | 40    | 60    | 95   |
|-------------------------------------------|------|------|-------|-------|------|
| $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2, \%$ | 2.05 | 7.18 | 12.95 | 21.07 | 52.3 |

合成方法<sup>(1)</sup>

溶解500g工业品硫酸铝于750mL热水中。另取100g工业硫酸铵溶解于200mL水，分别过滤并蒸发到有结晶析出。所得结晶各用少量水溶解，然后将二者混合。在水浴上蒸发到形成结晶膜，在搅拌下冷却到 $15\sim 20^\circ\text{C}$ 。吸滤，得细小结晶。用冰水洗涤，约得500g粗品。将此粗品溶于750mL水，进行重结晶。注意蒸发速度应缓慢，冷却结晶时不宜搅拌，方可获得大颗粒结晶。于室温下干燥（注意干燥时间勿过长，避免风化）。产量约为340g（分析纯）。

合成时硫酸铝和硫酸铵两种原料不必按理论量精确计算，任一种适当过量均可。

用途 用作分析试剂、媒染剂。用于颜料制造、软化水、制药工业、半导体工业。

安全与贮存 密封保存

## 参 考 文 献

〔1〕 IO. B. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，290,1964。

## 硫酸铵

I-1(6)-0003

Ammonium sulfate

别名 硫铵; Mascagnite

分子式  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 

分子量 132.14

理化性质 白色细小结晶。相对密度1.769。热至 $100^\circ\text{C}$ 开始分解成氨及硫酸氢铵。溶于水；不溶于乙醇和丙酮。水中溶解度：

| $t, ^\circ\text{C}$              | 0     | 20    | 40   | 60   | 80    | 100   |
|----------------------------------|-------|-------|------|------|-------|-------|
| $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4, \%$ | 41.35 | 42.85 | 44.7 | 47.0 | 48.47 | 50.42 |

合成方法<sup>(1)</sup> 将硫酸铵溶于2倍重量的冷水中，至相对密度为1.20。加入适量氨水至溶液 $\text{pH}8\sim 9$ ，静置数小时，吸取上清液置于保温设备中，加入少量活性炭，加热煮沸15分钟，于 $60^\circ\text{C}$ 保温。再补加氨水至 $\text{pH}$ 为 $9\sim 10$ 。静置，冷至室温。过滤，蒸发滤液至析出结晶。滤去母液，于 $70^\circ\text{C}$ 干燥，得成品。

用途 用作分析试剂、蛋白沉淀剂。用于钙和镉的分离、微生物培养基的制备及铵盐制造。

安全与贮存 密封保存。远离硝酸盐、亚硝酸盐等氧化剂。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 44, 1974.

## 硫 酸 氢 铵

I-1(6)-0004

Ammonium hydrogen sulfate

别名 重硫酸铵 Ammonium bisulfate; 酸性硫酸铵 Ammonium acid sulfate

分子式  $\text{NH}_4\text{HSO}_4$ 

分子量 115.10

理化性质 白色结晶。相对密度 1.78。熔点  $146.9^\circ\text{C}$ 。溶于水; 微溶于乙醇; 不溶于丙酮。合成方法<sup>[1]</sup>

在容器中加入 100L 水, 慢慢加入 53kg 硫酸, 再慢慢加 57kg 硫酸铵。加热溶解后, 过滤, 冷却。吸滤出结晶, 即得成品。

用途 用作分析试剂; 用于医药、电子工业。

安全与贮存 避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] 天津化工研究院等编:《无机盐工业手册》, 下册, 化学工业出版社, 631, 1981。

## 硫 酸 高 铈 铵

I-1(6)-0005

Ammonium ceric sulfate

别名 硫酸铈铵 Ceric ammonium sulfate

分子式  $(\text{NH}_4)_6\text{Ce}(\text{SO}_4)_5 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 764.66

理化性质 橙红色晶体。溶于水, 溶液棕黄色。

合成方法<sup>[1]</sup>

溶解 100g 硝酸铈铵(纯品)于约 600mL 热水( $70\sim 80^\circ\text{C}$ )中, 必要时过滤。在澄清溶液中加入浓氨水 120~150mL, 直到氢氧化铈(IV)沉淀完全。吸滤沉淀, 用热水(每次约 100mL)反复洗涤, 直到用二苯胺检验洗液无  $\text{NO}_3^-$  为止。将洗净的氢氧化铈放入瓷皿, 加入 1:1 硫酸 65mL, 在水浴上加热溶解。过滤, 在滤液中加 80g 硫酸铵(按化学式计量应加 72.2g, 可稍过量)。加热溶解, 必要时可加入少量水, 在水浴上蒸发浓缩到有结晶膜生成。冷却, 吸滤结晶, 用少量水洗涤 2~3 次, 在玻璃板上于  $25^\circ\text{C}$  左右干燥, 得成品。

二、由混合稀土铈组氟化物先制得氢氧化铈(IV)沉淀(见硝酸铈铵 I-1(7)-0003 的合成)。用硫酸溶解后, 加入由化学式计量的硫酸铵, 也可制得硫酸铈铵。

用途 用作分析试剂、微量银离子测定。容量分析中作氧化剂。用于照相业。

安全与贮存 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин等著, 于忠等译《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 754, 1964。

## 硫酸高铁铵

I-1(6)-0006

Ammonium ferric sulfate

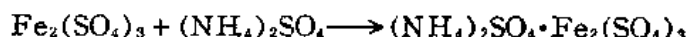
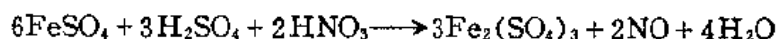
别名 硫酸铁铵 Ferric ammonium sulfate; 铁铵矾 Ammonium ferric alum; Iron alum; Ammonium iron sulfate

分子式  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 482.19

理化性质 浅紫色结晶。易风化。相对密度 1.71。熔点  $39 \sim 41^\circ\text{C}$ 。加热到  $230^\circ\text{C}$  脱去 12 分子结晶水。易溶于水; 不溶于乙醇。水中溶解度:

|                                           |      |      |      |      |
|-------------------------------------------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$                       | 0    | 25   | 50   | 70   |
| $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2, \%$ | 11.1 | 20.0 | 28.5 | 34.2 |

合成方法<sup>[1]</sup>

在瓷皿中溶解 200 g 工业品结晶硫酸亚铁于 700 mL  $70 \sim 80^\circ\text{C}$  的热水中。过滤, 向滤液中加入 22 mL 相对密度为 1.84 的硫酸, 加热至  $30 \sim 45^\circ\text{C}$ 。在通风下加入 25~30 mL 硝酸(相对密度 1.38) 进行氧化。溶液由深褐色逐渐转为浅红棕色。用高铁氰化钾溶液检验溶液中亚铁离子是否完全被氧化(无蓝色沉淀)。

将溶液缓缓加热到冒烟并成浓浆状、赶走硝酸及氮的氧化物。加入 200 mL 水使其溶解, 重新蒸发至出现结晶膜。在此饱和溶液中加入 150 mL 水及过滤后的硫酸铵热溶液(32 g 硫酸铵溶于 80 mL 水), 再加入 0.5~1 mL 浓硫酸。在搅拌下冷却到  $0^\circ\text{C}$ , 吸滤结晶, 得硫酸高铁铵。产量 240~250 g。

若产品中含有  $\text{Cl}^-$  及  $\text{NO}_3^-$ , 可将其溶于 200~220 mL 热水, 用硫酸酸化, 再冷却至  $0^\circ\text{C}$ , 吸滤结晶, 稍微干燥。产量为 200 g。

用途 用作分析试剂、测定卤素时的指示剂。用于制药工业。

安全与贮存 于阴凉干燥处密封保存。

## 参 考 文 献

[1] IO. B. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 294, 1964。

## 硫酸亚铁铵

I-1(6)-0007

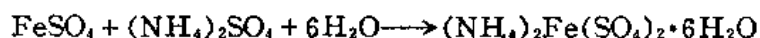
Ammonium ferrous sulfate

别名 莫尔盐 Mohr's salt; 低铁矾 Ferrous alum; 亚铁铵矾 Ferrous ammonium sulfate

分子式  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 392.14

理化性质 浅蓝绿色结晶或结晶性粉末。相对密度  $d_4^{20}$  1.864。在空气中逐渐风化并被氧化。约在  $100 \sim 110^\circ\text{C}$  分解。溶于水; 不溶于乙醇。

合成方法<sup>[1]</sup>

将 139 g 硫酸亚铁和 66 g 硫酸铵分别溶于少量水中。分别加热至  $60 \sim 70^\circ\text{C}$  后一起倒入瓷皿中。用少量硫酸酸化, 在不断搅拌下冷却。次日吸滤出结晶, 用 50% 乙醇洗涤, 放在滤纸



中间压干，在冷处干燥到结晶不粘玻璃棒即得产品（分析纯），产量130~140 g。

母液浓缩到相对密度1.36后，冷却，可再得30 g 结晶。

**用途** 用于制备铁（I）的标准溶液、高锰酸钾和重铬酸钾的标定、磁性测量中的校准物质。

**安全与贮存** 避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译，《无机化学手册》，中国工业出版社，663，1964。

### 过 硫 酸 铵

I-1(6)-0008

Ammonium persulfate

**别名** 高硫酸铵；过二硫酸铵 Ammonium peroxydisulfate

**分子式**  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$

**分子量** 228.18

**理化性质** 无色片状或棱形结晶。相对密度1.982。120℃时分解放出氧生成焦硫酸铵。接触湿气则分解出含臭氧的氧。有强氧化性。易溶于水，水溶液呈酸性，室温下慢慢分解。

**合成方法** <sup>〔1,2〕</sup>

电解硫酸铵的饱和溶液。

阳极反应  $2(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 - 2e \longrightarrow (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8 + 2\text{NH}_4^+$

阴极反应  $2\text{H}^+ + 2e \longrightarrow \text{H}_2$

总反应  $2(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 \longrightarrow (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{H}_2$

在500mL烧杯中放入一个同样高的多孔性瓷槽（容量130~150mL）。槽外绕有铅制旋管作为阴极，并用于循环冷却水。槽中央挂一根直径为0.05cm的铂丝制的螺旋阳极。阴极电解液由浓硫酸与水等重量混合，阳极电解液是不含铁的硫酸铵饱和（10℃）溶液（100 g 水溶解76.3 g 硫酸铵）。

先在铅管内通水使电解液冷却，在电压为12~14V、电流强度为2.5A和尽可能低的温度下进行电解。4~6小时后，瓷槽内析出过硫酸铵白色结晶。继续电解约10小时，取出结晶。粗品中常含有硫酸铵杂质，将其溶解在等量的水中（40~45℃）。过滤，滤液用冰冷却，吸滤结晶（检验有无 $\text{SO}_4^{2-}$ ），用少量水洗涤。先在瓷板上干燥，然后放在保干器中干燥，得成品。

**用途** 用作分析试剂及氧化剂。

**安全与贮存** 粉尘能刺激眼、皮肤、呼吸系统。具有强氧化性，应与有机物隔离，于阴凉干燥处密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 G. Брауер 著，何泽人编译：《无机制备化学手册》，上册，增订第二版，燃料化学工业出版社，237，1972。  
〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство «Химия》，40，1974。

### 硫 化 铵 溶 液

I-1(6)-0009

Ammonium sulfide solution

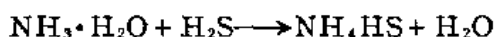
**别名** Ammonium bisulfide

**分子式**  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

**分子量** 68.14

**理化性质** 无色液体。呈强碱性。久置变黄。有氨和硫化氢的气味。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将一定体积的稀氨水（浓度不超过8%）分成两份，其中一份用过量硫化氢使之饱和，然后向所形成的硫化氢氨溶液中加入另一份氨水，即得成品。

若用浓氨水，不能使用上述方法。因为硫化氢与浓氨水的作用不易完成。应向浓氨水中通入硫化氢气达到恰好形成硫化铵为止。控制反应终点的方法是取少量试液加入硫酸铜溶液，将沉出的硫化铜滤出，检验滤液应呈中性。如有游离酸存在，表明溶液中硫化氢过量，则有硫化氢铵形成。此时应向溶液中加入少许氨水。反之，若溶液不呈酸性，可用氨水处理硫化铜沉淀，滤液应无色。若呈现蓝色，须往溶液中通入少许硫化氢。

**用途** 用作定性分析的组试剂、色谱分析试剂、铊的微量分析试剂。也应用于照相显影剂中。

**安全与贮存** 硫化铵毒性如一般硫化物，遇酸分解成剧毒硫化氢。具有腐蚀性，能刺激眼膜与麻痹神经。遇氧化剂易爆炸。应密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 42, 1974.

### 多硫化铵溶液

I-1(6)-0010

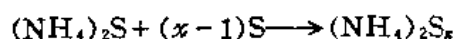
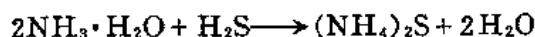
Ammonium polysulfide solution

**别名** 红色硫化铵溶液 Ammonium sulfide solution, red

**分子式**  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$

**理化性质** 橙红色透明液体。具有氨和硫化氢气味。相对密度 $d_4^{20}$ 约1.10。不稳定，在空气中逐渐分解而析出硫。遇酸分解析出硫化氢和硫。能与水混合，呈强碱性。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



用硫化氢饱和220mL浓氨水（直到取少许溶液试样，加入5% $\text{MgCl}_2$ 有氢氧化镁沉淀析出为止）。向制得的溶液中加入30g细硫粉，然后放置1~2昼夜（不时加以振荡），直到加入的硫几乎完全溶解为止，即为成品。

**用途** 用作分析试剂及杀虫剂。

**安全与贮存** 有毒。有腐蚀性。置阴凉处，避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 39, 1974.

### 亚硫酸铵

I-1(6)-0011

Ammonium Sulfite

**分子式**  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

**分子量** 134.15

## 硫酸钡

I-1(6)-0015

Barium sulfate

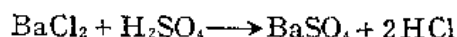
**别名** Artificial barite; Blanc fixe; Barium sulfate precipitated; Synthetic barytes; Terraponderosa; Permanent white; Artificial heavy spar

**分子式** BaSO<sub>4</sub>

**分子量** 233.40

**理化性质** 白色结晶性粉末。相对密度 $d^{15}_4$ 4.50。熔点1580℃。1000℃以上分解。600℃用碳还原成硫化钡，不溶于水、乙醇、酸和苛性碱溶液。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



将110g二水合氯化钡(BaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O)溶于500mL热水中，再将45mL硫酸(相对密度1.84)与240mL水的混合液加热后慢慢加入其中。放置片刻，加几滴稀硫酸于上层清液中检验沉淀是否完全。静置，所得沉淀用热水以倾析法洗涤5~6次。然后用布氏漏斗吸滤，用热水洗至无Cl<sup>-</sup>(用AgNO<sub>3</sub>检验)。于50~70℃干燥。将干燥品研细并过筛。得产品(95%)100g。

**用途** 用作分析试剂。用于电子、仪表、冶金、制药工业。

**安全与贮存** 于干燥处密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 70, 1974.

## 硫化钡

I-1(6)-0016

Barium sulfide

**别名** Barium monosulfide; Sulfurated baryta

**分子式** BaS

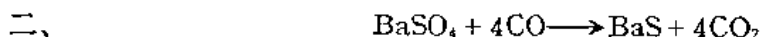
**分子量** 169.40

**理化性质** 无色立方晶体或黄绿色和灰色粉末。有硫化氢臭。相对密度 $d^{15}_4$ 4.25。熔点1200℃。在湿空气中逐渐分解放出硫化氢，同时生成碳酸钡。微溶于冷水；溶于氯化铵溶液。被酸分解形成硫化氢。

**合成方法**<sup>(1,2,3)</sup>



将纯碳酸钡于1000℃左右，在迅速通入硫化氢与氢的等摩尔混合气体的条件下，加热2小时，至无水蒸汽产生为止。然后停止通入硫化氢，只通入氢气约半小时，以分解多余的硫化物。将产品于氢气中冷却。此法适于合成小量产品。



将研碎的硫酸钡放在管式炉中用一氧化碳，氢气或发生炉煤气，于800℃~1000℃还原2~3小时，可得硫化钡。

**用途** 用作分析试剂、发光粉的基质、橡胶加硫剂。用于钡盐的制备。

**安全与贮存** 有毒，并具有腐蚀性。避光、密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》,第一卷,化学工业出版社,414,1983。  
 〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 69, 1974。  
 〔3〕 〔日〕日本化学会编:“实验化学讲座, 9, 无机化合物的合成と精制”, 丸善株式会社, 191, 1958。

## 硫 酸 铍

I-1(6)-0017

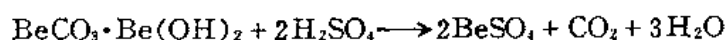
## Beryllium sulfate

别名 Glucinum sulfate

分子式  $\text{BeSO}_4$ 

分子量 105.07

理化性质 白色粉末状结晶。相对密度2.443。加热至550~600℃分解。几乎不溶于冷水。在热水中生成四水合物。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

将14mL浓硫酸注入40mL水中。称取11g碱式碳酸铍在搅拌下分次少量加入到上述稀硫酸溶液中。搅拌至不再产生二氧化碳气泡。过滤,滤液于水浴上加热浓缩至原体积的1/3。于室温放置数小时后,过滤析出的结晶。于空气中自然干燥。得到约20g四水合硫酸铍结晶。将四水合物加热,于100℃左右脱水成二水合物,于400℃左右成无水硫酸铍。

用途 用作分析试剂。用于制备铍盐的原料及陶瓷工业。

安全与贮存 剧毒,对鼠类静脉注射LD<sub>50</sub> 0.5mg/kg。密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(II)”, 丸善株式会社, 579, 1977。

## 硫 酸 镉

I-1(6)-0018

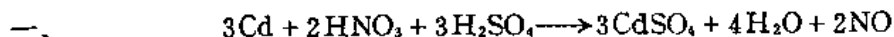
## Cadmium Sulfate

分子式  $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 769.50

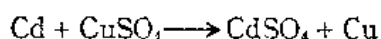
理化性质 无色单斜晶体。相对密度3.09。(无水物相对密度4.691。熔点1000℃)。温度高于41.5℃则失水成为一水合结晶。易溶于水,不溶于乙醇和乙酸乙酯。水中溶解度:

|                     |       |       |       |       |       |       |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0     | 25    | 40.5  | 64    | 79    | 99    |
| $\text{CdSO}_4, \%$ | 43.29 | 43.73 | 44.48 | 42.10 | 40.34 | 36.66 |

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

取8mL相对密度为1.84的硫酸,注入50mL水中,加入15g粒状金属镉,并逐滴加入3mL相对密度1.4的硝酸。将上述混合物于70℃加热至金属镉不再溶解为止(应留有少量金属镉)。调节溶液的酸度,使其对刚果红指示剂呈中性。然后加入0.5~1g碳酸镉以沉淀Fe<sup>3+</sup>杂质。再加热5~10分钟,过滤。滤液稍加硫酸酸化后,于通风橱中蒸发至干。蒸发到近干时应加以搅拌。将干燥结晶研碎后灼烧,以除去硝酸蒸气。在搅拌下冷却。加水和乙醇(以100g产品计,前者23mL,后者3.5mL)。搅匀,吸滤结晶( $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ ),用乙醇洗涤后,于热处干燥得产品。产量21g,产率约60%。

二、



取100g五水合硫酸铜溶于300mL热水中。用铜丝悬挂一重60g的金属镉薄片置于上述溶液中。并于80~90℃下放置约两昼夜，直至溶液的天蓝色完全消失为止。应不时搅拌并从镉片上除去析出的铜，并补充因蒸发失去的水分。再放置3昼夜，当溶液变成明显的褐色时（由于 $\text{Fe}^{3+}$ 杂质引起），过滤。滤液中加入1mL30%过氧化氢，加热至氢氧化铁沉出为止。加入1g活性炭，过滤。滤液中加入少量金属镉，加热至80~90℃后，再过滤一次。将滤液蒸发至形成粥状，应不时搅拌。冷却后吸滤结晶，用少量水洗涤，得到水合硫酸镉（ $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ ）。产量60~65g。

将水合硫酸镉置于过滤器上，用无水乙醇洗涤后，放在五氧化二磷干燥器中干燥，可得无水硫酸镉。

**用途** 用作测定硫化氢及丁烯二酸的试剂和催化剂。用于消毒和收敛剂、镉电池及镉肥制造。

**安全与贮存** 属中等毒类。小鼠口服 $\text{LD}_{50}$ 88mg/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 117, 1974.  
〔2〕 〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，939，1977。

### 硫 化 镉

I-1(6)-0019

Cadmium sulfide

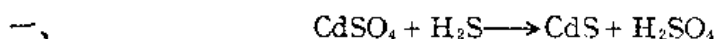
**别名** 镉黄 Cadmium yellow; Capsebon; Orient yellow; Jaune brilliant; Orange cadmium

**分子式**  $\text{CdS}$

**分子量** 144.46

**理化性质** 有晶体和无定形物。晶体有两种： $\alpha$ -式，柠檬黄色粉末，相对密度为3.91~4.15； $\beta$ -式，桔红色粉末，相对密度为4.82。熔点1750℃（100大气压）。在氮气中980℃升华。不溶于水；溶于乙醇；能溶于酸；极易溶于氨水。

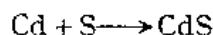
**合成方法**<sup>〔1,2〕</sup>



将硫化氢通入硫酸镉水溶液中，沉淀后过滤、洗涤沉淀、烘干即得硫化镉。

或将氯化镉水溶液用盐酸调至酸性后，加入硫代乙酰胺，沉淀出硫化镉。

二、



取3g金属镉粉末，15g碳酸钾，3g碳酸钠，18g硫，共同放入瓷蒸发皿中，加热熔融。约两小时后将熔融物冷却，用水浸出可溶物后得到硫化镉。

**用途** 用于制造焰火、玻璃釉、瓷釉、发光材料、及作油漆、纸、橡胶和玻璃等的颜料（镉黄和镉红）。高纯硫化镉是良好半导体材料。

**安全与贮存** 属中毒类。小鼠口服 $\text{LD}_{50}$  1160mg/kg。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，435，1983。  
〔2〕 〔日〕日本化学会编：“实验化学讲座，9，无机化合物の合成と精制”，丸善株式会社，416，1958。

## 硫酸钙

I-1(6)-0020

## Calcium sulfate

别名 生石膏 Gypsum; Alabaster; Satin spar; Terra alba; Native Calcium sulfate; Precipitated Calcium sulfate

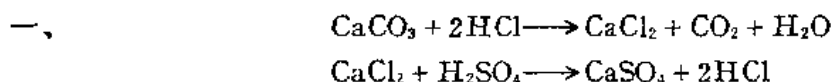
分子式  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

分子量 172.17

理化性质 无色斜方晶体。相对密度2.32。128℃失去 $1\frac{1}{2}$ 结晶水;163℃失去全部结晶水。

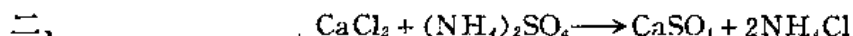
熔点1450℃(无水单斜晶体)。难溶于水,溶于铵盐和硫代硫酸钠。

合成方法<sup>[1,2]</sup>



将20g碳酸钙在搅拌下,分次少量加入到120mL 12%的盐酸中。此时有二氧化碳产生,并形成氯化钙溶液,过滤。在搅拌下向滤液中加100mL 20%的硫酸,生成白色沉淀。在水浴上加热,使沉淀充分陈化,然后用倾析法洗涤沉淀,最后离心分离,于60℃干燥。产量约33g。

欲制取无水硫酸钙,可将二水物在200℃加热至恒重。



将20g硫酸铵溶于250mL水中,过滤。将滤液加热后,加入氯化钙溶液(50g氯化钙溶于200mL水)。检验沉淀是否完全:取少量溶液加入氯化钙溶液,若不产生沉淀,即达终点。放置,待溶液澄清后,用倾析法洗涤5~6次。吸滤沉淀,洗涤至洗液内不含 $\text{NH}_4^+$ 为止(采用奈氏试剂检验 $\text{NH}_4^+$ )。沉淀置于滤纸上在60~70℃干燥。产量约22g。

欲制备无水硫酸钙,可将二水合物在200℃加热至恒重。

用途 用作分析试剂、吸湿剂及粘合剂。

安全与贮存 密封保存。

## 参 考 文 献

[1] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座,8,无机化合物合成(II)”,丸善株式会社,601,1977。

[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 151, 1974。

## 硫酸高铈

I-1(6)-0021

## Ceric sulfate

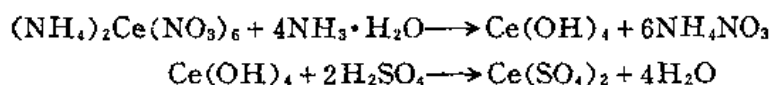
别名 硫酸铈 Cerium sulfate

分子式  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

分子量 404.30

理化性质 黄色结晶性粉末。加热时脱水,180~200℃成无水盐。350℃以上分解,生成硫酸氧铈。在大量水中分解,析出碱式盐。溶于稀硫酸。

合成方法<sup>[1]</sup>



将100g硝酸铈铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6]$ 溶于500ml热水(70~80℃),过滤。于滤液中加入

110~130ml浓氨水,至氢氧化铯完全沉淀时为止。吸滤沉淀,用热水洗至不含 $\text{NO}_3^-$ (用靛蓝检验)。

将66ml 1:1的硫酸在搅拌下加入到氢氧化铯中,并在水浴上加热。过滤,将滤液在水浴上蒸发至形成结晶膜。冷却。吸滤出结晶,用冷水洗涤3~4次,然后放在玻璃皿中于25~30℃干燥。产量58~60g。

**用途** 用作氧化剂、分析试剂。用于辐射计量仪及苯胺黑制造。

**包装与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов, "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 395, 1974.

### 硫 酸 铯

I-1(6)-0022

Cesium sulfate

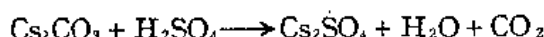
**分子式**  $\text{Cs}_2\text{SO}_4$

**分子量** 361.87

**理化性质** 无色正交晶系或六方晶系结晶。相对密度4.243。熔点1010℃。在600℃转变为六方晶系结晶。极易溶于水;不溶于乙醇、丙酮、吡啶。水中溶解度:

|                              |      |      |      |      |      |      |      |
|------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$          | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{Cs}_2\text{SO}_4, \%$ | 62.6 | 63.4 | 64.1 | 65.5 | 66.7 | 67.8 | 68.8 |

### 合成方法<sup>[1]</sup>



取碳酸铯710g,加水约800mL。在加热及不断搅拌下,小心分次加入相对密度1.84的硫酸约100mL。将有大量二氧化碳逸出,应防止溶液溢出。当溶液的pH达3时停止加酸。煮沸20分钟,再加氢氧化铯调至中性,过滤。滤液蒸发浓缩至大部分结晶析出。冷却至室温,吸滤,将结晶干燥得成品。

**用途** 用作催化剂、分析试剂。用于酿造工业。

### 参 考 文 献

- [1] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol II, Longmans, Green and Co., 660, 1956.

### 硫 酸 钴

I-1(6)-0023

Cobaltous sulfate

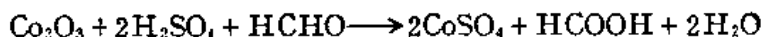
**别名** 硫酸亚钴

**分子式**  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 281.09

**理化性质** 玫瑰色结晶或粉末。相对密度 $d_4^{20}$  1.924。熔点96.8℃。加热至420℃时脱去7分子结晶水,41.5℃变为六水盐,71℃变为一水盐。易溶于水;微溶于甲醇、乙醇。水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{CoSO}_4, \%$ | 20.3 | 26.5 | 32.8 | 35.5 | 35.0 | 28.0 |

**合成方法<sup>(1)</sup>**

在通风橱中, 将200mL相对密度为1.84的硫酸注入装有1300mL水的瓷皿中。在水浴上加热至90~98℃, 然后分次加入300g三氧化二钴。当反应平息时, 向其中分次加入27mL甲醛进行还原, 溶液逐渐转为透明。过滤, 蒸发滤液至形成结晶膜, 冷却, 结晶。吸滤出结晶, 于40℃下干燥, 得成品。产量500~600g。

**用途** 用作分析试剂和玻璃着色剂。用于电子、仪表及冶金工业。

**安全与贮存** 密封保存。

**参 考 文 献**

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 211, 1974.

**硫 酸 铜**

I-1(6)-0024

Cupric sulfate

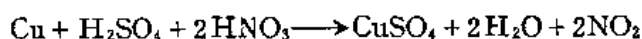
**别名** 蓝矾 Blue vitriol; 胆矾 Salzburg vitriol; 孔雀石; 结晶硫酸铜 Copper sulfate crystal; Roman vitriol; Blue stone

**分子式**  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 249.68

**理化性质** 蓝色透明结晶。相对密度2.29。在空气中微风化。溶于水, 水溶液呈酸性; 溶于甲醇、甘油, 微溶于乙醇。加热时失水, 依次成为三水盐(30℃时)、一水盐(110℃时)。258℃时形成白色粉末状的无水盐。水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C               | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{CuSO}_4$ , % | 12.5 | 17.2 | 22.6 | 28.6 | 35.5 | 43.0 |

**合成方法<sup>(1)</sup>**

在1L的瓷皿中放入200g电解铜(铜丝或刨铜屑), 加入125mL相对密度为1.84的硫酸, 加热至70~80℃。分次加入相对密度为1.40硝酸40mL(小心喷溅!)。若有结晶析出, 可加入80~100mL水。反应完毕时应剩余少量铜。倾出溶液, 蒸发至出现结晶膜。冷却, 吸滤出结晶, 用少量水洗涤。在瓷皿中补入铜屑至200g, 再加适量硫酸和硝酸继续合成。

将每次制得的结晶溶于1.5倍热水, 过滤, 蒸发至形成结晶膜, 冷却。吸滤出结晶。所得硫酸铜需经2~3次重结晶, 方可制得化学纯的本品。

**提纯方法** 溶解200g五水合硫酸铜于1L水中。加入5mL 3%双氧水及10mL 20%氢氧化钠溶液, 煮沸后过滤。蒸发溶液至出现结晶膜, 冷却。所得结晶再溶于水进行二次结晶, 得纯品。

**用途** 用作分析试剂、媒染剂、防腐剂。用于铜盐合成、医药及电池制造。

**安全与贮存** 本品有毒。对小鼠LD<sub>50</sub> 960mg/kg。密封保存。

**参 考 文 献**

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 237 1974.



## 无水硫酸铜

I-1(6)-0025

Cupric sulfate, anhydrous

别名 Copper sulfate anhydrous

分子式  $\text{CuSO}_4$ 

分子量 159.60

理化性质 白色或灰白色粉末。易吸潮。相对密度3.603。溶于水，水溶液呈酸性；不溶于乙醇。加热至600~700℃时分解为氧化铜。

合成方法<sup>(1,2)</sup> 将五水合硫酸铜置于瓷皿中，于通风良好处，在砂浴上加热，温度不高于220℃。不断搅动，直至蓝色全部消失为止。将制得的白色粉末研细，迅速密封于经干燥的瓶中。如制品呈灰白色证明加热过度。

用途 用作分析试剂、脱水剂、气体干燥剂。

安全与贮存 有毒。对小鼠 $\text{LD}_{50}$  960mg/kg。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин等著，于忠等译《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，456, 1964。  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 237, 1974.

## 硫酸铁

I-1(6)-0026

Ferric sulfate

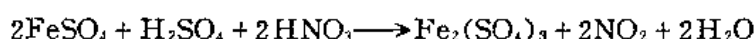
别名 硫酸高铁; Iron sulfate; Ferric sesquisulfate; Ferric tersulfate

分子式  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 399.87 (无水盐)

理化性质 白色或浅黄色结晶性粉末。相对密度 $d_{18}^{18}$  3.097。480℃分解(无水盐)。易潮解。溶于水、乙醇。其水溶液由于水解作用(生成碱式盐或氢氧化铁)呈红棕色，事先加入硫酸可阻止水解而使溶液澄清。

合成方法<sup>(1)</sup>



溶解85g七水合硫酸亚铁于110mL水中，加热。向其中分次加入8mL硫酸(相对密度1.84)，并加入100mL硝酸(相对密度1.35)，加热至95~100℃。用高铁氰化钾检验 $\text{Fe}^{2+}$ 已全部转化为 $\text{Fe}^{3+}$ 为止。

过滤溶液，加入4mL硫酸，蒸发至形成粘稠状，此时温度约为120℃，冷却至40~50℃，吸滤出结晶，于65℃干燥，得成品。产率80~85%。

用途 用作分析试剂、媒染剂、净水剂。用于糖定量测定。

安全与贮存 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 105, 1974.

## 硫酸亚铁

I-1(6)-0027

Ferrous sulfate

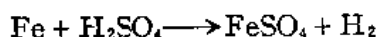
别名 绿矾 Green vitriol; 铁矾 Iron vitriol; Copperas; Feosol; Ironate; Irosul, Sulferrous

分子式  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 278.01

理化性质 浅蓝绿色结晶。相对密度 1.895~1.898。熔点  $64^\circ\text{C}$ 。在干燥的空气中易风化。 $56.6^\circ\text{C}$ 时变为四水盐,  $65^\circ\text{C}$ 时变为一水盐。在湿空气中易氧化为碱式硫酸高铁而变成黄色。溶于水及甘油, 不溶于醇。水中溶解度:

| $t^\circ\text{C}$   | 0     | 20   | 40    | 60    | 80    | 90.1 |
|---------------------|-------|------|-------|-------|-------|------|
| $\text{FeSO}_4, \%$ | 15.53 | 21.0 | 28.67 | 35.46 | 30.35 | 27.5 |

合成方法<sup>(1)</sup>

将铁屑溶于15~20%的硫酸中, 加热至不再溶解为止(保持金属铁过量)。过滤, 滤液用硫酸酸化。冷后通入硫化氢至饱和。放置2~3天。在水浴上加热后过滤。滤液倾入蒸馏烧瓶中, 在通入不含氧的二氧化碳的状况下蒸发至一半, 然后在二氧化碳气氛中令其结晶。次日吸滤出结晶, 先用水洗, 再用乙醇洗, 尽快地在 $30^\circ\text{C}$ 下进行干燥, 立即密封保存。

提纯方法 将工业硫酸亚铁溶于水, 用硫酸酸化。加入铁屑或硫化亚铁, 在隔绝空气的条件下静置数日。再通入硫化氢至饱和, 放置。加热溶液, 过滤。加入少量金属铁在水浴上蒸发至相对密度1.34, 重新过滤, 冷却至 $18^\circ\text{C}$ 以下结晶(或用三倍其体积的乙醇沉出)。

用途 用作分析试剂。用于照相制版、制铁氧体原料。

包装与贮存 密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 104, 1974.

## 硫化亚铁

I-1(6)-0028

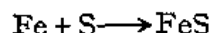
Ferrous sulfide

别名 硫化铁 Iron sulfide; Iron protosulfide; Iron sulfuret

分子式  $\text{FeS}$ 

分子量 87.91

理化性质 暗褐色或灰黑色结晶或粒状物。相对密度4.74。熔点 $1193\sim 1199^\circ\text{C}$ 。在潮湿空气中氧化成硫和四氧化三铁。溶于酸并放出硫化氢。

合成方法<sup>(1)</sup>

将纯的还原铁粉和升华的硫磺粉按比例精确称量, 经混合后放入高真空封闭的石英管中。在 $1000^\circ\text{C}$ 加热约24小时(不断转动石英管)。当石英管的冷端不再有硫存在时, 则证明反应完全。得到性脆的灰色闪光产品。

用途 用作分析试剂。用于制备硫化氢气体。

安全与贮存 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] G. Brauer, "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1309, 1962.

## 硫 酸 铟

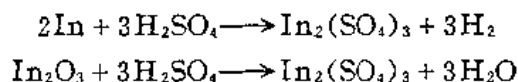
I-1(6)-0029

Indium sulfate

分子式  $\text{In}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 679.94

理化性质 无色柱状结晶。易潮解。相对密度3.44。于250℃熔融同时分解。极易溶于水。

合成方法<sup>[1]</sup>

将纯金属铟或氧化铟加热使其溶于大量过量的稀硫酸溶液中。过滤，将滤液于50℃浓缩至析出水合酸式盐  $[\text{In}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}]$  结晶。过滤，结晶用冰乙酸洗涤，干燥。将此酸式盐于450℃加热六小时左右，至不再分解出三氧化硫为止。得到无水硫酸铟。将其溶于水，在室温下蒸发，可得九水合硫酸铟的柱状结晶。

用途 用于镀铟液的配制。

安全与贮存 有毒。对兔口服MLD1.8g/kg，静脉注射 MLD0.67mg/kg。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，654，1977。

## 硫 酸 锂

I-1(6)-0030

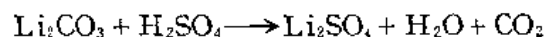
Lithium sulfate

分子式  $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 

分子量 127.95

理化性质 无色结晶，在880℃失去结晶水。相对密度2.06。溶于水；几乎不溶于乙醇。水溶液呈中性。水中溶解度：

|                              |      |      |      |      |      |      |
|------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                        | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{Li}_2\text{SO}_4$ , % | 26.2 | 25.7 | 24.5 | 24.0 | 23.1 | 22.8 |

合成方法<sup>[1]</sup>

将50g工业碳酸锂(64%)加入到150mL水中。逐渐加入1:4的硫酸进行中和，反应终点使酚酞呈微碱性反应。过滤，滤液稀释至相对密度1.10，煮沸并保温使硫酸钙杂质沉淀完全。静置，过滤。用试剂硫酸中和滤液。蒸发滤液至大量结晶析出，吸滤析出一水硫酸锂，产量20g，产率45%。

用途 用作分析试剂，钙和镁的分离。用于制药工业。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 215, 1974.

用途 用作分析试剂、媒染剂。用于制备电解锰和锰盐的原料、油漆干燥剂。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 226, 1974.  
[2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成 (II)", 丸善株式会社, 859, 1977。

### 硫 酸 汞

I-1(6)-0034

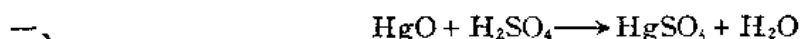
Mercuric sulfate

别名 硫酸高汞 Mercury persulfate; Mercury sulfate; Mercury bisulfate

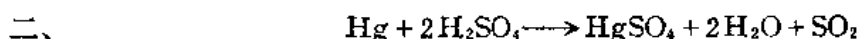
分子式  $\text{HgSO}_4$  分子量 296.65

理化性质 白色结晶或粉末。相对密度6.47。受热变为黄色至褐色, 但不分解。冷却后又恢复无色。受强热则分解。遇水分解成碱式盐和硫酸。溶于盐酸、热的稀硝酸及浓氯化钠溶液, 不溶于乙醇。

合成方法<sup>[1,2]</sup>



将16mL相对密度为1.84的硫酸加到145mL水中, 在搅拌下加入30g黄色氧化汞和1g活性炭。搅拌, 过滤。蒸发滤液并用瓷勺随时取出结晶。吸滤, 于300~400℃干燥至完全成为松散状。产量34g。



将汞与浓硫酸的混合物加热蒸发。适当补充浓硫酸, 反复蒸发至汞全部生成硫酸汞。移至古氏坩埚中, 用7N硫酸迅速洗涤, 抽干, 得成品。

用途 用作分析试剂和催化剂。用于制药工业等。

安全与贮存 有毒。避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 313, 1974.  
[2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成 (II)", 丸善株式会社, 947, 1977。

### 硫 酸 亚 汞

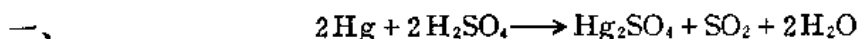
I-1(6)-0035

Mercurous sulfate

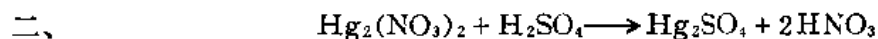
分子式  $\text{Hg}_2\text{SO}_4$  分子量 497.24

理化性质 白色或微黄色结晶性粉末。相对密度7.56。受热分解。遇光变灰色。生成金属汞与硫酸汞, 灼烧至红热则熔融。微溶于水, 溶于硫酸及稀酸。

合成方法<sup>[1]</sup>



将1份重的汞和0.5~1份重相对密度1.84的硫酸共热, 直至约有一半汞变为固体盐。倾出未反应的汞, 产物用少量冷水洗涤, 干燥得成品。



将过量的稀硫酸加入到硝酸亚汞溶液中, 生成细小结晶, 用冷水洗涤后干燥, 得

水浸取, 得80 g 二硫化钼。

二、用200 g 钼酸铵、150 g 碳酸钾及 280 g 硫磺作原料, 可得较好结晶, 但产率较低。

三、
$$\text{Mo} + 2\text{S} \longrightarrow \text{MoS}_2$$

在铁管中加入计算量的钼和硫磺粉, 所得二硫化钼具有天然辉钼矿的晶格。

用途 用作润滑剂、添加剂、催化剂。

安全与贮存 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1235, 1962.

### 硫 酸 镍

I -1(6)-0038

Nickel Sulfate

别名 Nickelous Sulfate; Morenosite

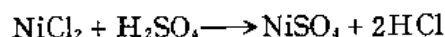
分子式  $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  分子量 280.88

理化性质 绿包结晶。相对密度1.948。99℃失去一分子结晶水; 103℃时失去6分子结晶水。

溶于水及乙醇。水溶液呈酸性, pH约4.5。水中溶解度:

| t, °C                                         | -4.25 | 0     | 15.65 | 25    | 35    | 40    |
|-----------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , % | 21.47 | 20.75 | 26.19 | 28.82 | 31.98 | 33.52 |

合成方法<sup>[1]</sup>



将35 g 氯化镍溶于80 mL水中, 加入18 mL浓硫酸。反应进行中放热, 并产生大量氯化氢气体。将溶液蒸发至干并在沙浴上灼烧。然后加入150~200 mL水, 加热至完全溶解。过滤, 蒸发滤液至出现结晶膜。冷却, 吸滤出结晶。产量约80 g, 产率约80%。母液可循环使用。

用途 用于电镀镍和印染织物媒染剂。

安全与贮存 有毒。对豚鼠皮下注射LD<sub>50</sub>62 mg/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 291, 1977.

### 硫 酸 铝 钾

I -1(6)-0039

Potassium aluminum sulfate

别名 明矾 Alum; 钾明矾 Potassium alum; Potash alum; Aluminum potassium sulfate

分子式  $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  分子量 474.38

理化性质 无色透明结晶或白色粉末。味微甜而涩。相对密度 $d_4^{20}$ 1.757。熔点92.5℃(熔融)。

64℃失去9个结晶水; 200℃失去12个结晶水。易溶于水和甘油, 水溶液呈酸性; 溶于稀酸;

不溶于乙醇和丙酮。水中溶解度(无水物):

| t, °C                                                      | 0   | 5    | 20  | 40    | 60    | 80    | 90   |
|------------------------------------------------------------|-----|------|-----|-------|-------|-------|------|
| $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , % | 2.9 | 3.38 | 5.7 | 10.47 | 19.94 | 41.52 | 52.1 |

**合成方法**<sup>(1)</sup> 将100 g 工业硫酸铝( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ )溶于200~300 mL水中。另取28~30 g 硫酸钾溶于300 mL水中。分别过滤后混合。在水浴上蒸发至出现结晶。在搅拌下冷却,吸滤出结晶。再将其溶于最少量的热水中,冷却结晶。如有必要再进行重结晶直至合格。母液可循环使用,产量100~110 g。

**用途** 用作色谱分析试剂。用于细菌染色、照相制版。

**安全与贮存** 密封保存

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 157, 1974.

### 硫 酸 铬 钾

I-1(6)-0040

Potassium chromium sulfate

**别名** 铬矾 Chrome alum; 铬明矾; 钾铬矾;

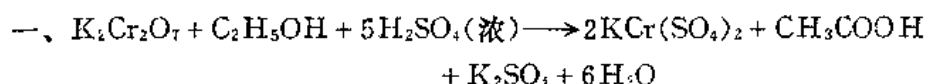
Chromic potassium sulfate

**分子式**  $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 499.41

**理化性质** 紫红色结晶。相对密度 $d_4^{20}$  1.826。熔点89℃。在100℃脱去十分子水,400℃时脱去全部结晶水。溶于水及稀酸,不溶于乙醇。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>



将250 g 工业重铬酸钾溶于1600 mL热水中,过滤。加入180 mL 浓硫酸后,逐渐加入约150 mL 85%的乙醇。当液体变为深绿色时,继续加乙醇至不再反应,可认为反应已达终点。蒸发溶液并不断吹入空气,直到除尽乙酸气味为止。加水至溶液的相对密度为1.5(70℃),然后长时间静置(10~15天)使其结晶。吸滤出结晶,在空气中充分干燥(勿使风化)得成品。在每100 mL母液中加入0.5 mL硫酸,蒸发至相对密度为1.5,再按上述方法使其结晶,产量800 g

二、取100 g 重铬酸钾加入950 mL 15%的硫酸中,加热至溶解。将此溶液注入100 mL乙醇(用冰水冷却)中,大部分结晶随即析出。

母液加入1/20体积的硝酸(相对密度1.4)后,与等体积乙醇混合。放置过夜,结晶析出。将其溶于热水(勿超过40℃),再于25~30℃缓慢蒸发,得成品。

**用途** 用作分析试剂。用于照相制版。

**安全与贮存** 有毒。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著,于忠等译:《无机化学试剂手册》,中国工业出版社,295,1964。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 158, 1974.

### 硫 酸 钾 钠

I-1(6)-0041

Potassium sodium sulfate

**分子式**  $3\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{Na}_2\text{SO}_4$

**分子量** 664.84

**理化性质** 白色结晶。相对密度 2.697。易溶于水。根据制备方法（配比量）的不同，有  $K_2SO_4 \cdot Na_2SO_4$ 、 $3K_2SO_4 \cdot Na_2SO_4$  等不同的组分。

#### 合成方法<sup>(1)</sup>

取 522.8 g 无水硫酸钾 (3 mol) 及 142 g 无水硫酸钠 (1 mol) 溶于足量的沸水，使成饱和溶液。趁热过滤，冷却、结晶。吸滤出结晶，即为成品。

**用途** 用于制药工业。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) J. W. Mellor, "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. II, Longmans, Green and Co., 688, 1956.

### 硫 酸 钾

I-1(6)-0042

Potassium sulfate

**别名** Sal polychrestum; Tarfarus vitriolatus; Salf of lemercy

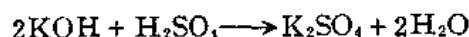
**分子式**  $K_2SO_4$

**分子量** 174.27

**理化性质** 无色结晶或白色结晶性粉末，质重而坚硬。相对密度 2.662。熔点 1069℃。沸点 1689℃。在空气中稳定。溶于水，不溶于乙醇和丙酮。水溶液呈中性。水中溶解度：

|               |      |       |       |       |       |       |
|---------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C         | 0    | 20    | 40    | 60    | 80    | 100   |
| $K_2SO_4$ , % | 6.85 | 10.00 | 12.86 | 15.38 | 17.63 | 19.42 |

#### 合成方法<sup>(1,2)</sup>



将 100 g 试剂硫酸加入 120 mL 水中，逐渐加入 110~120 g 50% 的氢氧化钾溶液，直到对石蕊呈碱性反应时为止。加热 1 小时，过滤。滤液用硫酸酸化至对石蕊呈弱酸性反应为止。蒸发滤液，用瓷勺捞取蒸发过程中析出的结晶，吸滤结晶，于 80~100℃ 干燥。产量 65 g。

**用途** 用于钾盐的合成、氮的测定、制药工业。用作分析试剂。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，245，1964。  
(2) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов, "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 138, 1974.

### 硫 酸 氢 钾

I-1(6)-0043

Potassium hydrogen sulfate

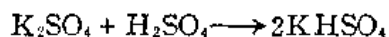
**别名** 重硫酸钾 Potassium bisulfate; Potassium acid sulfate; Sal exixum

**分子式**  $KHSO_4$

**分子量** 136.16

**理化性质** 白色结晶。易潮解。相对密度 2.32。熔点 214℃。高温下失水转化成焦硫酸钾。溶于水，不溶于乙醇。水溶液呈强酸性。水中溶解度：

|              |      |      |      |       |
|--------------|------|------|------|-------|
| t, °C        | 0    | 20   | 40   | 100   |
| $KHSO_4$ , % | 36.3 | 51.4 | 67.3 | 121.6 |

合成方法<sup>(1)</sup>

将87 g 试剂硫酸钾及49 g 相对密度为1.84的硫酸放入铂皿中混合后,小心加热至成为透明熔体。将此熔体注入用冷水冷却的瓷皿或铂皿中,待固化后随即碎成小块,密封于瓶中。

**用途** 用作分析试剂、防腐剂。用于钾盐合成。

**安全与贮存** 防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 138, 1974.

## 过 硫 酸 钾

I-1(6)-0044

Potassium persulfate

**别名** 高硫酸钾; 连二硫酸钾; 二硫八氧酸钾; Potassium peroxydisulfate

**分子式**  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$

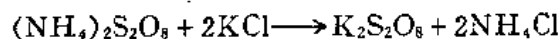
**分子量** 270.33

**理化性质** 无色或白色结晶。相对密度2.477。在空气中逐渐分解释放出游离氧,高温时分解更快,约100℃完全分解。为强氧化剂。溶于水,不溶于乙醇。水溶液呈酸性。水中溶解度:

|                                      |      |      |      |      |      |
|--------------------------------------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$                  | 0    | 10   | 20   | 30   | 40   |
| $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8, \%$ | 1.62 | 2.60 | 4.49 | 7.19 | 9.89 |

合成方法<sup>(1)</sup>

一、



将600 g 过硫酸铵溶于1 L 40℃的热水中,过滤。另取750 g 工业氯化钾溶于2 L 水中,加入20 mL 50%的氢氧化钾溶液。加热至沸后,滤入盛有过硫酸铵溶液的容器中,再加入60 mL 50%的氢氧化钾溶液。放置过夜。吸滤出结晶,用冷水洗涤至无 $\text{Cl}^-$ 。必要时可重结晶提纯。产量300 g,产率42%。

二、



取100 g 过硫酸铵(95~98%)溶于200 mL 水中,加入70 mL 50%的氢氧化钾溶液。将混合物在通风下于50℃加热30~40分钟,直至除尽氨为止。冷却,吸滤出结晶,用冰水洗涤后,于50℃干燥即得。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂、引发剂。用于胶片洗印、漂白纤维等。

**安全与贮存** 属低毒类。对豚鼠皮下注射  $\text{LD}_{50}$  3.0 g/kg。有强氧化性。应避光于阴凉处密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 133, 1974.



## 焦 硫 酸 钾

I-1(6)-0045

## Potassium pyrosulfate

**别名** 无水重硫酸钾; Potassium acid sulfate anhydrous; Potassium anhydrosulfate

**分子式**  $K_2S_2O_7$

**分子量** 254.33

**理化性质** 无色结晶或熔块。易潮解。相对密度 $d_4^{20}$ 2.28。熔点约325℃。易溶于水,水溶液呈强酸性。

**合成方法** <sup>(1,2)</sup>



取粉状硫酸钾870g于烧瓶或瓷皿中,加入相对密度为1.89的硫酸880mL,在通风橱内加热。开始用小火,以防液滴飞溅。然后加大火焰,直至几乎无三氧化硫白烟逸出,并取少许熔融物滴在干燥玻璃板上,如立即凝结为固体时,则反应已完毕(如果原料中有含炭杂质,则在熔融过程中会使溶液颜色变深变黑)。将熔融物倒在干净、平整、耐热、耐腐蚀的盘或平板上,冷却结块后,打碎即为成品。

**用途** 分析化学上用作酸性溶剂、钢铁分析上用作电解金属的夹杂剂。

**安全与贮存** 应防潮密封贮存。

## 参 考 文 献

- [1] [日] 日本化学会编:“新实验化学讲座, 9, 无机化合物的合成と精制”, 丸善株式会社, 102, 1958。  
[2] J. W. Mellor: “A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry”, Vol. I, Longmans, Green and Co., 445, 1956.

## 硫 化 钾

I-1(6)-0046

## Potassium sulfide

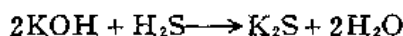
**别名** 含硫钾; Potassium monosulfide

**分子式**  $K_2S \cdot 5H_2O$

**分子量** 200.34

**理化性质** 无色透明或浅黄色结晶。易潮解。暴露在空气和日光下变为黄红色。有硫化氢气味。熔点60℃。150℃时变为二水合物。溶于水、乙醇、甘油,不溶于乙醚。

**合成方法** <sup>(1)</sup>



配制氢氧化钾的浓溶液,将其分为两等份。一份用硫化氢饱和后,加入另一份。然后在氯化钙干燥器中进行减压浓缩。有十二水合硫化钾( $K_2S \cdot 12H_2O$ )的细小结晶析出。进一步浓缩,即得五水合物。

**用途** 用作分析试剂、脱毛剂、杀虫剂、用于制药工业。

**安全与贮存** 有腐蚀性。密封避光保存。

## 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》,第一卷,化学工业出版社,410,1983。

## 偏重亚硫酸钾

I-1(6)-0047

Potassium metabisulfite

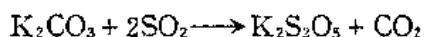
别名 焦亚硫酸钾

分子式  $K_2S_2O_5$ 

分子量 222.33

**理化性质** 无色结晶或白色结晶性粉末。有二氧化硫气味。相对密度2.34。190℃分解。易溶于水，水溶液呈酸性，不溶于乙醇。遇酸放出  $SO_2$ ，在空气中氧化成硫酸盐，在潮湿空气中氧化更快。研磨时放热易燃烧。水中的溶解度：

|                 |      |      |      |      |      |      |      |
|-----------------|------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C           | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 80   | 94   |
| $K_2S_2O_5$ , % | 22.1 | 26.5 | 30.8 | 39.0 | 46.0 | 51.9 | 55.5 |

合成方法<sup>(1)</sup>

将100g 碳酸钾溶于55mL 水中，过滤。滤液加热至90~100℃。由直接插入容器底部的导管通入二氧化硫。当溶液呈黄绿色时，停止通气。将溶液冷却至22~25℃（不宜再低！）吸滤析出的结晶，先用饱和二氧化硫水洗涤，再用乙醇洗，于20~25℃干燥。母液可循环使用，产量70~75g。

**用途** 用作分析试剂、显影剂、还原剂、细菌抑制剂。

**安全与贮存** 密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 135, 1974.

## 连 四 硫 酸 钾

I-1(6)-0048

Potassium tetrathionate

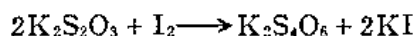
别名 四硫磺酸钾

分子式  $K_2S_4O_6$ 

分子量 302.46

**理化性质** 无色片状或菱形结晶。相对密度2.296。易溶于水；不溶于乙醇。易分解。水中溶解度：

|                 |       |       |
|-----------------|-------|-------|
| t, °C           | 0     | 20    |
| $K_2S_4O_6$ , % | 12.50 | 23.18 |

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将含26g碘的乙醇溶液用冰冷却，加入12mL水，然后十分缓慢地滴入硫代硫酸钾溶液（含 $K_2S_2O_3$ 约39.5g，近于饱和。不含硫酸盐）。反应中不溶于乙醇的四硫酸盐以细结晶析出。反应完毕后，吸滤出结晶并用乙醇洗涤至无碘及碘化物为止。于室温下用尽可能少的水溶解，并用乙醇重新沉出。过滤，在滤纸上干燥，然后放在浓硫酸干燥器中干燥即得成品。

**用途** 用于培养基的制备。

**安全与贮存** 密封保存

**用途** 用于亚硝酸盐、钒酸盐、磷酸盐和氟的比色测定。

**安全与贮存** 避光密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 336, 1974.  
[2] (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 927, 1977.

### 无 水 硫 酸 钠

I-1(6)-0051

Sodium sulfate, anhydrous

**别名** 无水芒硝 Sodium sulfate exsiccated

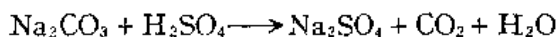
**分子式**  $\text{Na}_2\text{SO}_4$

**分子量** 142.04

**理化性质** 白色结晶性粉末。相对密度2.68。熔点884℃。溶于水和甘油,不溶于乙醇。有吸潮性。水中溶解度:

|                              |      |      |      |      |      |      |
|------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$          | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{Na}_2\text{SO}_4, \%$ | 4.76 | 16.3 | 32.8 | 31.2 | 30.4 | 29.8 |

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将无水碳酸钠分次少量加入到20%硫酸溶液中,直到不再产生二氧化碳,溶液呈弱碱性为止。加热至沸。过滤,滤液浓缩至开始出现结晶。冷却,析出十水合硫酸钠结晶。将此结晶置于瓷皿中,于约100℃干燥,得到松散白色粉末状无水硫酸钠。

**用途** 用作分析试剂、脱水剂。用于医药、氮的测定。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 274, 1974.

### 无 水 硫 酸 氢 钠

I-1(6)-0052

Sodium bisulfate, anhydrous

**别名** 酸性硫酸钠; 重硫酸钠; Sodium hydrogensulfate, Sodium acid sulfate

**分子式**  $\text{NaHSO}_4$

**分子量** 120.05

**理化性质** 无色透明结晶。相对密度 $d_{40}^{20}$ 2.435。约在315℃分解。溶于水、水溶液呈强酸性,微溶于乙醇。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



将100g无水硫酸钠溶于200mL水,在冷却条件下,缓缓加入400g 98%的硫酸。放置,待溶液温度降至约30℃时析出无水硫酸氢钠结晶。抽滤。将结晶置于滤纸上充分干燥后,再于100℃干燥,得成品。

**用途** 用作分析试剂、助熔剂、消毒剂。用于制备硫酸盐等。

**安全与贮存** 密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 480, 1977.  
〔2〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 275, 1974.

## 焦 硫 酸 钠

I-1(6)-0053

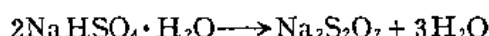
Sodium pyrosulfate

别名 Sodium acid sulfate anhydrous; Sodium anhydrosulfate

分子式  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 

分子量 222.10

理化性质 白色结晶或块状物。有强吸潮性。相对密度  $d^{25}_4$  2.658。熔点  $400.9^\circ\text{C}$ 。在  $460^\circ\text{C}$  时分解。溶于水成硫酸氢钠, 溶于发烟硫酸, 不溶于乙醇。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

将100g硫酸氢钠( $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )置于瓷皿中, 加热至  $200 \sim 250^\circ\text{C}$ , 使之熔融并沸腾, 以使失去结晶水。经30分钟, 再将温度升至  $320^\circ\text{C}$ 。开始时熔融物中有大气泡逸出, 随后气泡变小, 最后出现轻微的三氧化硫烟雾。证明反应已结束(观察时应戴防护眼镜)。将熔融物倾入乳钵中。冷却后, 粉碎成小块, 并趁热装入密封瓶中保存。产量约80g。

用途 用作分析试剂及助熔剂。

安全与贮存 防潮, 密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 269, 1974.

## 硫 代 硫 酸 钠

I-1(6)-0054

Sodium thiosulfate

别名 Sodium hyposulfite; Sodium subsulfite; 海波 “Hypo”; 一硫硫酸钠; 抱硫硫酸钠; 大苏打 Antichlor

分子式  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 

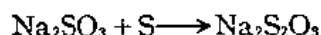
分子量 248.17

理化性质 无色结晶或白色颗粒。在干热空气中风化, 在潮湿空气中则微潮解。相对密度  $d^{17}_4$  1.729。迅速加热至  $48^\circ\text{C}$  融熔。  $100^\circ\text{C}$  失去全部结晶水, 灼烧即分解为硫化钠及硫酸钠。溶于水同时温度显著下降; 微溶于乙醇。有还原作用。水中溶解度:

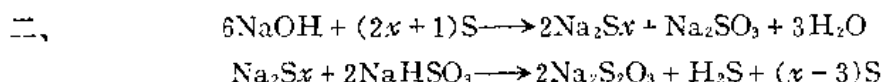
|                                       |      |      |      |      |      |      |
|---------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$                   | 0    | 20   | 40   | 60   | 80.5 | 100  |
| $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, \%$ | 34.4 | 41.2 | 50.6 | 67.4 | 71.3 | 72.5 |

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

一、



将126g七水合亚硫酸钠置于烧杯中, 加250mL水溶解。再将16g棒状硫充分粉碎后, 倒入到上述溶液中, 煮沸两小时。待硫完全溶解后, 过滤, 滤液浓缩至开始析出结晶。冷却、吸滤出结晶。母液再浓缩至开始析出结晶, 加入第一次过滤得到的结晶。冷却后过滤, 可得五水硫代硫酸钠。



将80 g 氢氧化钠配制成浓度约为20~30%的溶液, 加入65 g 升华硫粉, 煮沸2小时。过滤除去未溶的硫, 得到多硫化钠溶液。将此溶液冷却至30~40℃, 加入含有105 g 亚硫酸氢钠的浓溶液, 充分搅拌(取一滴溶液, 加入乙酸铅溶液, 若变黑, 则应再加入亚硫酸氢钠, 直至硫化物完全被除去)。抽滤, 滤液浓缩至约550 g, 缓慢冷却, 析出五水硫代硫酸钠结晶。

若将五水合物于80℃干燥, 可得无水硫代硫酸钠。

**用途** 用作分析试剂、基准试剂、还原剂。用于照相业。

**安全与贮存** 避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编: “新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 478, 1977。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 269, 1974.

### 亚 硫 酸 钠

I-1(6)-0055

Sodium sulfite

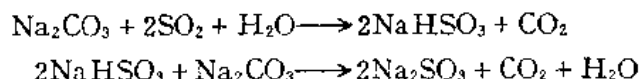
**分子式**  $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 252.14

**理化性质** 无色透明结晶。易风化。在空气中逐渐氧化成硫酸钠。相对密度  $d_{15}^{15}$  1.539。150℃失去全部结晶水。溶于水, 水溶液呈碱性并能溶解硫磺; 微溶于乙醇。水中溶解度:

|                              |       |       |       |       |       |       |
|------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$          | 0.0   | 19.9  | 41.0  | 58.1  | 70.0  | 99.0  |
| $\text{Na}_2\text{SO}_3, \%$ | 12.59 | 20.82 | 27.15 | 24.79 | 23.85 | 21.70 |

### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



将160 g 十水合碳酸钠(或与此量相当的氢氧化钠)溶于320 mL水中。将其分为二等份, 取一份置于水浴上加热至40℃。通入二氧化硫, 直至饱和。然后注入到另一份溶液中, 得到亚硫酸钠溶液。在尽可能避免接触空气的条件下, 放置至析出七水合物结晶, 产量110 g。

**用途** 用作还原剂。用于碲和铈的微量分析测定、照相显影液的配制。

**安全与贮存** 避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编: “新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 477, 1977。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 271, 1974.

### 无水亚硫酸钠

I-1(6)-0056

Sodium sulfite, anhydrous

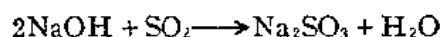
**别名** 硫养粉; Exsiccated sodium sulfite

**分子式**  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

**分子量** 126.04

**理化性质** 白色结晶。相对密度  $d^{15}_4 2.663$ 。加热则分解。溶于水，水溶液呈碱性；微溶于乙醇。在空气中逐渐被氧化成硫酸钠。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>



将二氧化硫通入已冷却到30℃以下的40~45%氢氧化钠溶液中，直至溶液对酚酞变色。在通入二氧化硫的过程中应防止氧气混入。停止通入二氧化硫后，放置冷却。析出的结晶在隔绝空气的条件下过滤。然后放入干燥器中，得到七水合亚硫酸钠。

将七水合物在约50℃时加热，结晶溶于自身的结晶水中，同时有无水亚硫酸钠析出。趁热过滤，于100~110℃干燥，得无水物。操作过程中，结晶应避免与空气接触，最好在氮气流下进行全部操作。

**用途** 用作分析试剂、防腐剂。用于照相、光敏电阻材料。

**安全与贮存** 避光，密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，477，1977。  
〔2〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство «Химия》，271，1974。

### 亚 硫 酸 氢 钠

I-1(6)-0057

Sodium hydrogen sulfite

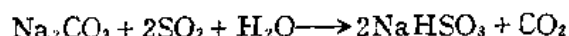
**别名** 重亚硫酸钠 Sodium bisulfite；酸式亚硫酸钠 Sodium acid sulfite

**分子式**  $\text{NaHSO}_3$

**分子量** 104.06

**理化性质** 白色结晶或结晶性粉末。有二氧化硫气味。在空气中逐渐失去部分二氧化硫并被氧化成硫酸盐。相对密度1.48。受热则分解。溶于3.5份冷水，2份沸水；微溶于乙醇。有强还原性。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>



在充分冷却并隔绝空气的条件下，将二氧化硫通入冷的碳酸钠饱和溶液中，直至不再产生二氧化碳、溶液呈酸性为止。此时如有焦亚硫酸钠结晶析出，可稍加热，使其溶解。溶液中加入等体积乙醇，搅拌，抽滤、结晶用乙醇洗涤。将结晶置于滤纸上，在氮气流下干燥。

**用途** 用作分析试剂、还原剂、漂白剂、细菌抑制剂。

**安全与贮存** 避光、密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，478，1977。  
〔2〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство «Химия》，272，1974。

## 焦亚硫酸钠

I-1(6)-0058

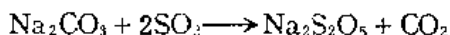
Sodium pyrosulfite

别名 偏重亚硫酸钠 Sodium metabisulfite, Sodium disulfite

分子式  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ 

分子量 190.10

理化性质 无色柱状结晶或粉末。带有二氧化硫臭味。相对密度1.4。在150℃以上分解。易溶于水并分解成亚硫酸氢钠。溶于甘油。微溶于乙醇。在空气中逐渐被氧化成硫酸盐。有强还原性。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将30%碳酸钠(或碳酸氢钠或氢氧化钠)溶液加热并保持至30℃,通入二氧化硫,至有强烈二氧化硫的臭味为止。将溶液置于浓硫酸保干器中。保干器放置在温度高于25℃的环境下,使结晶析出。抽滤结晶,并用乙醇洗涤。在氢气或氮气流中干燥,隔绝空气贮存。全部操作过程应始终注意防止与空气接触。

用途 用作分析试剂。用于印染、照相工业。

安全与贮存 本品明显刺激皮肤、粘膜。有毒,对兔静脉注射MLD178mg/kg。密封保存,置阴凉处。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 478, 1977。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 268, 1974.

## 硫酸亚锡

I-1(6)-0059

Stannous sulfate

别名 硫酸锡 Tin sulfate

分子式  $\text{SnSO}_4$ 

分子量 214.75

理化性质 白色或浅黄色重质结晶或粉末。约在360℃分解。溶于水和硫酸,在水中迅速水解生成碱式硫酸盐沉淀。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将120g锡粒加入到65ml水和65ml浓硫酸的混合液中,加热煮沸数小时,直至反应停止。倒出溶液,残留物用250mL水浸洗。合并溶液和洗液,过滤后减压蒸发,至生成很稠的物质为止。吸滤,滤出所得结晶,用乙醇洗涤两次,烘干,得成品。产量130g,产率60%。



将37g五水合硫酸铜溶于300mL水与15mL浓硫酸的混合液中,加入37g金属锡,在除氧的氮气流下回流煮沸。待铜析出并且溶液变为无色时快速过滤,滤液于回转汽化器中减压浓缩至50mL,冷却后吸滤出结晶,结晶用乙醇及乙醚洗涤后于100℃干燥,得成品。

用途 用于镀锡;用作织物的媒染剂。

安全与贮存 防潮, 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 228, 1974.  
[2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 820, 1977。

### 硫 酸 锶

I-1(6)-0060

Strontium Sulfate

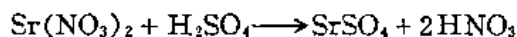
别名 天青石 Celestite; Celestine

分子式  $\text{SrSO}_4$

分子量 183.68

理化性质 无色结晶性粉末。相对密度3.96。熔点1605℃。微溶于水、浓硫酸、稀盐酸和稀硝酸, 不溶于乙醇和稀硫酸。

合成方法<sup>(1,2)</sup>



取260g硝酸锶 [ $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ]溶于500mL水, 加热至沸。在不断搅拌下慢慢加入到由50mL浓硫酸和65mL水配成的稀硫酸中, 随即有大量白色沉淀析出。加完酸后, 放置数小时。吸去上层清液, 下层沉淀用沸水以倾析法反复洗涤, 分离洗液, 固体于200℃干燥, 为成品。

用途 用作测定钡的试剂, 用于陶瓷工业。

### 参 考 文 献

- [1] Ludwig F. Andrieth: "Inorganic Syntheses", Vol. 3, 19, 1950.  
[2] [日]日本化学会编: "实验化学讲座, 9, 无机化合物の合成と精制", 丸善株式会社, 182, 1958。

### 硫 酸 钒 酰

I-1(6)-0061

Vanadyl sulfate

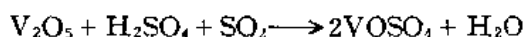
别名 硫酸氧钒 Vanadium oxide sulfate

分子式  $\text{VO}_2\text{SO}_4$

分子量 163.01

理化性质 蓝色结晶性粉末, 易溶于水。

合成方法<sup>(1)</sup>



取18g五氧化二钒加到由30mL硫酸(相对密度1.84)和40mL水配成的溶液中。在水浴上加热约20分钟, 同时不断搅拌。然后加水约300mL稀释, 随即往此溶液中通入二氧化硫, 把V(V)还原为V(IV)。此时泥浆状的悬浊液将逐渐转化为深蓝色。过滤后将溶液于减压下用小火蒸干, 并于减压下干燥, 得成品(注意: 如果常压蒸发干燥, 易使溶液及产品变绿)。

本品也可由四氧化二钒和硫酸直接合成。

用途 用作催化剂、还原剂、媒染剂、玻璃及陶瓷着色剂。

安全与贮存 本品有毒, 对大鼠LD<sub>50</sub>150mg/kg。



## 参 考 文 献

- [1] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. IX, Longmans, Green and Co., 821, 1956.

## 硫 酸 锌

I-1(6)-0062

Zinc sulfate

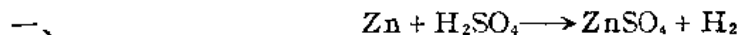
别名 皓矾 White vitriol, Zinc vitriol

分子式  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 

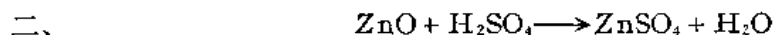
分子量 287.54

理化性质 无色结晶。相对密度 $d_4^{25}$  1.957。在干燥空气中逐渐风化。39℃时溶于自身结晶水中, 100℃时脱水为一水合物。250~280℃时失去全部结晶水, 500℃以上分解。易溶于水, 不溶于乙醇。水溶液呈酸性, pH为4.5。水中溶解度:

|                                               |       |      |      |      |      |      |
|-----------------------------------------------|-------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$                           | 0     | 10   | 25   | 35   | 50   | 60   |
| $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}, \%$ | 29.40 | 32.0 | 36.6 | 39.9 | 43.1 | 46.0 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>

向1150 g 20%硫酸中逐渐加入170 g 锌粒(在室外或通风橱中进行, 以防锌中的杂质砷形成的三氢化砷中毒)。反应完毕后加热, 溶液中应留有少量锌。于溶液中加入由1 mL过氧化氢, 2 g 碳酸锌或氧化锌和2 ml 水所组成的糊状物, 搅拌后静置, 使杂质铁以氢氧化铁形式充分沉出。过滤, 蒸发滤液至出现结晶膜。在不时搅拌下用冷水冷却, 过滤, 所得结晶于室温下干燥。



将氧化锌溶于稀硫酸直至饱和, 然后加入稍过量的氧化锌, 煮沸使杂质铁充分沉淀。过滤, 滤液用硫酸酸化, 蒸发浓缩, 冷却结晶, 得成品。

用途 用作分析试剂。用于媒染剂、电子元件及医药。

安全与贮存 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 402, 1974.

## 硫 化 锌

I-1(6)-0063

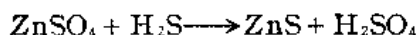
Zinc sulfide

别名 Zinc blende

分子式  $\text{ZnS}$ 

分子量 97.43

理化性质 白色粉末。相对密度 $d_4^{25}$  4.102/立方晶体; 3.96/六方晶体。1020℃转变为六方晶体。1185℃升华。几乎不溶于水, 溶于酸。久置湿空气中被氧化转变为硫酸锌。

合成方法<sup>[1]</sup>

将1 kg 硫酸锌( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )溶于2.5 L 水(用1~2 mL 浓硫酸酸化)中。逐滴加入2~3 mL 溴水至溶液黄色不消失为止。静置30分钟后, 用氨水中和。再加入100 mL 新制的硫化铵

溶液, 放置10~12小时。不时搅拌, 使Cu、Fe等杂质形成硫化物沉出。过滤, 滤液中通入硫化氢使硫化锌沉淀析出。再过滤, 洗涤, 干燥, 得成品。

用途 用作光谱分析试剂。用于涂料。荧光粉基质。制造固化油及电子元件等。

安全与贮存 避光, 密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин, и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 401, 1974.

### 亚 硒 酸 钠

I-1(6)-0064

Sodium selenite

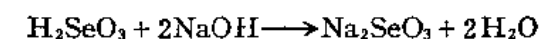
分子式  $\text{Na}_2\text{SeO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 263.01

理化性质 无色结晶。在空气中有少量风化。于40℃时失去结晶水, 成为无水物。溶于水, 不溶于乙醇。水中溶解度:

|                               |      |       |       |       |       |       |
|-------------------------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C                         | -0.5 | 19.5  | 46.8  | 67.8  | 89.1  | 103.3 |
| $\text{Na}_2\text{SeO}_3$ , % | 43.9 | 46.12 | 48.75 | 47.15 | 46.93 | 45.30 |

### 合成方法<sup>〔1〕</sup>



配制亚硒酸浓溶液, 按计算量加入不含碳酸根的氢氧化钠溶液。将此溶液放在装有氯化钙的真空干燥器中, 于室温下放置, 使水分挥发, 并用玻璃棒摩擦容器壁使结晶析出, 或加入晶种, 可得到透明柱状结晶。抽滤, 结晶置于干燥器中干燥, 得成品。

用途 用作生化试剂。用于红色玻璃及彩釉配制。

安全与贮存 剧毒。对大鼠静脉注射LD<sub>50</sub>3mg/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(II)", 丸善株式会社, 483, 1977.

### 亚 碲 酸 钾

I-1(6)-0065

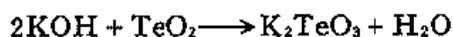
Potassium tellurite

分子式  $\text{K}_2\text{TeO}_3$ 

分子量 253.79

理化性质 白色粉末。有潮解性。熔点460~470℃(分解), 易溶于水, 水溶液呈碱性; 不溶于乙醇; 溶于热的碱溶液。水溶液长期放置, 受空气中二氧化碳影响而析出二氧化碲。

### 合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



取320g 二氧化碲, 加入300mL水, 在加热和不断搅拌下加入10%氢氧化钾, 直到二氧化碲恰好溶完为止。趁热过滤, 将滤液浓缩至析出部分结晶。冷却, 分离出母液, 干燥, 得成品。

用途 用于血浆或疫苗中病理性细菌的试验。

安全与贮存 有毒, 对大鼠LD<sub>50</sub>83mgTe/kg。防潮, 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. II, 78, 1958.  
 [2] O. I. Vorok'eva et al: *Zhur. Neorgan. Khim.*, 3, 2006 (1958).

## 碲 酸 钾

I-1(6)-0066

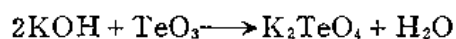
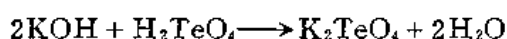
Potassium tellurate

分子式  $K_2TeO_4 \cdot 3H_2O$ 

分子量 323.84

理化性质 白色结晶性粉末。可溶于水；微溶于乙醇。水中溶解度：

|                |      |       |       |
|----------------|------|-------|-------|
| $t, ^\circ C$  | 0    | 20    | 30    |
| $K_2TeO_4, \%$ | 8.10 | 21.58 | 33.52 |

合成方法<sup>(1,2)</sup>

取二水合碲酸230g，溶于300mL水中。用10%氢氧化钾中和至呈强碱性。浓缩至大量结晶析出，冷却。分离去母液，干燥，得成品。也可用三氧化碲和氢氧化钾合成。

用途 用于医药，微生物研究。

安全与贮存 有毒。对小鼠 $LD_{50}$ 165mg/kg。对大鼠 $LD_{50}$ 385mg/kg。防潮，密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. II, Longmans, Green and Co., 90, 1956.  
 [2] B. N. Kulikovskii et al: *Z. Neorg. Khim.*, 8(9), 2088 (1963).

## 第七节 氮族元素的盐类

## 硝 酸 铝

I-1(7)-0001

Aluminium nitrate

别名 九水合硝酸铝 Aluminium nitrate nonahydrate

分子式  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 

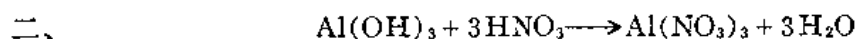
分子量 375.13

理化性质 无色易潮解的结晶。熔点73.5℃。150℃分解。易溶于水、乙醇；微溶于丙酮；不溶于乙酸乙酯

|                  |      |      |      |      |      |      |      |
|------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ C$    | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $Al(NO_3)_3, \%$ | 37.5 | 40.0 | 42.5 | 47.0 | 51.5 | 57.0 | 61.5 |

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将金属铝在加热下溶解在硝酸（相对密度1.35）中，将溶液略加煮沸，过滤，除去杂质和剩余的铝。滤液用硝酸酸化，在不高于74℃下蒸发浓缩至出现结晶，冷却，析出大粒结晶。或者在稀硝酸铝溶液中加入戊醇也可析出硝酸铝结晶。过滤析出的晶体，用冰水洗涤，放在有硫酸的干燥器中短时间干燥。立即密封入瓶内。



## 硝 酸 铈 铵

I-1(7)-0003

Ammonium ceric nitrate

别名 Ceric ammonium nitrate; Ammonium hexanitratocerate

分子式  $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ 

分子量 548.23

理化性质 橙红色结晶。易潮解。易溶于水和乙醇。有氧化性。水中溶解度:

|                                               |       |       |       |       |       |
|-----------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C                                         | 25.0  | 45.3  | 64.5  | 85.6  | 112.0 |
| $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ , % | 58.49 | 64.51 | 66.84 | 69.40 | 88.03 |

合成方法<sup>(1)</sup> 将85g混合稀土氟化物(含28%二氧化铈, 37.7%其它稀土金属氧化物及4.5%氧化钙)和50mL水置于250mL的铂皿或铅皿中。在砂浴上加热, 搅拌, 逐渐加入150mL相对密度为1.84的硫酸。因有氟化氢逸出而起泡。继续加热10~15小时, 不时搅拌, 直至有三氧化硫生成为止。冷却后移入装有750mL热水的烧杯中, 并用250mL水冲洗沉淀, 搅拌2小时, 静置后过滤。

将上面所得溶液3L(须按上述方法操作三次)加热至70~80°C, 加入氢氧化钠溶液(含NaOH60g/L), 直到对pH试纸呈强碱性反应为止。沉淀由白色转为灰色。放置, 用热水以倾析法洗沉淀除去 $\text{SO}_4^{2-}$ 。将此沉淀移入大烧杯中, 再加入2~3L氢氧化钠溶液, (含NaOH50g)。在加强搅拌的同时, 于20~25°C通入氯气以氧化三价铈, 其它铈组元素也以氯化物形式进入溶液中。再吹空气赶出游离氯。在水浴上加热2~3小时至氯完全消失为止。放置, 用倾析法洗涤沉淀以除去 $\text{Cl}^-$ 。吸滤, 将所得氢氧化铈(IV)沉淀(约200g)移入烧杯中, 再加250mL硝酸(相对密度1.4)溶解, 得深红色溶液。

将上述溶液蒸浓至稠浆状(约300mL), 加入180~200g分析纯结晶硝酸铵, 再蒸浓至生成糊状结晶。冷却, 吸滤, 即得硝酸铈铵结晶。将此粗品用相对密度为1.4的硝酸洗涤后, 再溶于200mL水中。加入25mL硝酸, 过滤, 蒸发滤液至糊状, 冷却。吸滤结晶, 用硝酸洗涤。另将母液与洗液合并一起蒸发至糊状后, 分出结晶。共得硝酸铈铵约150~175g。必要时可重结晶一次。产品于75~85°C干燥。产量130~150g。纯度为99.5%。如经多次重结晶可制得纯度为99.99%的产品。

用途 用作分析试剂, 如微量银离子的测定。也可作氧化剂。

安全与贮存 防潮密封保存。

## 参 考 文 献

(1) Ю. Б. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 751, 1964。

## 硝 酸 铋

I-1(7)-0004

Bismuth nitrate

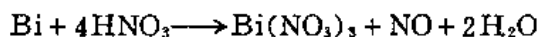
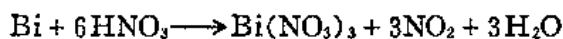
别名 三硝酸铋 Bismuth trinitrate; Bismuth ternitrate

分子式  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 485.07

理化性质 无色结晶, 有硝酸气味。有吸湿性。相对密度2.83。30°C分解, 80°C失去全部结晶水。遇水分解生成碱式盐。但溶于以无机酸酸化后的水中。溶于甘油、稀酸(包括乙酸), 不溶于乙醇及乙酸乙酯。

合成方法<sup>(1,2)</sup>



取30mL相对密度为1.4的分析纯硝酸，用水稀释一倍。加热至60~70℃后，逐渐加入25g颗粒状金属铋。待反应完毕后，过滤。滤液如有水解现象，需用硝酸酸化。在未溶解的金属铋中加入40mL 1:1的试剂硝酸，加热至60~70℃，使之继续溶解。过滤，将滤液合并，蒸发至相对密度为1.9。冷却结晶。吸滤，于40~50℃干燥，即得成品。母液可循环使用。产量50g，产率86%。

**用途** 用于制备其他铋盐，用作发光漆。

**安全与贮存** 对皮肤有腐蚀性，勿直接接触，密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 80, 1974.  
〔2〕 〔日〕日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(II)", 丸善株式会社, 680, 1977。

### 碱 式 硝 酸 铋

I-1(7)-0005

Bismuth nitrate basic

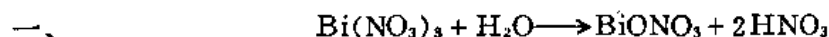
**别名** 次硝酸铋 Bismuth subnitrate; 硝酸氧铋 Bismuth Oxynitrate; 西班牙白 Spanish white; Bismuthyl nitrate; Paint white; Flake white

**分子式**  $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

**分子量** 305.10

**理化性质** 白色粉末，微有潮解性。相对密度 $d_{18}^{20}$ 4.928。105℃失去结晶水，260℃转变为 $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 和氧化氮。溶于稀盐酸和硝酸，不溶于水、乙醇和甘油。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



取50g五水合硝酸铋置于瓷研钵中，逐渐加入200ml水进行研磨，将所得的糊状物注入1L水中，此时仅有部分碱式盐生成。加数滴甲基橙于反应物中，再慢慢加入200mL相对密度为0.91的氨水，以中和游离硝酸，应维持溶液为红色，以利于除去 $\text{Pb}^{2+}$ 、 $\text{As}^{3+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 及 $\text{Fe}^{3+}$ 等杂质，静置，用倾析法洗涤沉淀2~3次，吸滤，再用冷水洗涤5~6次。干燥，产量25g。

二、向500mL沸水中滴加20mL由硝酸铋和5%硝酸所配成的浓溶液。静置后倾出上层清液，吸滤。沉淀经洗涤后于40~50℃干燥，得纯品。

**用途** 用作分析试剂，临床检测中化验酶和生物碱。用于制药工业。

**安全与贮存** 防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 81, 1974。

### 硝 酸 镉

I-1(7)-0006

Cadmium nitrate

**分子式**  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 308.47

**理化性质** 白色易潮解结晶，相对密度 $d_4^{20}$ 2.455。熔点59.4℃。沸点132℃。易溶于水，溶于

## 参 考 文 献

- [1] W. Conard Fernellus: "Inorganic Syntheses", Vol. II, The Interscience Encyclopedia Inc., 51, 1946.  
 [2] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. V, Longmans, Green and Co., 668, 1956.

## 硝 酸 铯

I-1(7)-0010

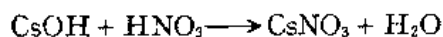
Cesium nitrate

分子式  $\text{CsNO}_3$ 

分子量 194.91

理化性质 无色有光泽的六面体或片状结晶。具有硝酸味。相对密度  $d_4^{20}$  3.685。熔点  $414^\circ\text{C}$ ，更高温度则分解，并产生二氧化氮。易溶于水，溶于丙酮；微溶于乙醇。有氧化性。水中溶解度：

|                     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{CsNO}_3, \%$ | 8.54 | 18.7 | 32.1 | 45.6 | 57.3 | 66.3 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>

取氢氧化铯（或氧化铯、碳酸铯）1500g溶于1L水中。小心分批加入65%的硝酸，不断搅拌，直到溶液pH为6~7为止。共约需硝酸710mL左右。过滤、蒸发浓缩到结晶开始出现，在不断搅拌下冷却至室温。分离母液后，用少量50%乙醇洗涤结晶1~2次，并彻底分离之。所得结晶于 $110^\circ\text{C}$ 下干燥后，再溶于水用重结晶法精制，得成品。

用途 用作环境监测试剂，钠微量分析、氧化剂。用于其它铯盐制备等。

安全与贮存 本品有毒，对鼠类 $\text{LD}_{50}$  1.2g/kg。有氧化性，应密封贮存。

## 参 考 文 献

- [1] John C. Bailar: "Inorganic Syntheses", Vol. IV, McGraw-Hill Book Comp. Inc., New York, 6, 1953.  
 [2] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. II, Longmans, Green and Co., 802, 1956.

## 硝 酸 铜

I-1(7)-0011

Cupric nitrate

分子式  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 241.60

理化性质 蓝色结晶。相对密度2.05。熔点 $114.5^\circ\text{C}$ 。易潮解。在强热下分解。溶于水及乙醇。水溶液呈弱酸性。溶于浓氨水形成深蓝色溶液。水中溶解度：

|                                |      |      |      |      |      |      |
|--------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$            | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2, \%$ | 45.5 | 55.5 | 62.0 | 64.5 | 67.5 | 71.2 |

合成方法<sup>[1]</sup>

在瓷皿中加入220mL水及220mL相对密度为1.40的硝酸，在毒气橱中分次加入55g铜丝。反应完毕后，加热溶液到 $60^\circ\text{C}$ ，保持到氮的氧化物不再放出为止。加入110mL水，混匀过滤，于 $60\sim 70^\circ\text{C}$ 蒸发滤液至相对密度为1.79~1.8，冷却。吸滤结晶并用少量水洗，抽干后立即装

瓶。产量150~170g。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂、荧光粉激活剂及光敏电阻材料。

**包装与贮存** 有毒，密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 Ю. Б. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，化学工业出版社，365，1958。

### 硝 酸 铁

I-1(7)-0012

Ferric nitrate

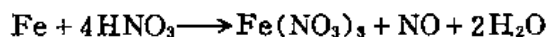
**分子式**  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 404.02

**理化性质** 浅紫色结晶。相对密度1.68。熔点47.2℃。易潮解。热至125℃时分解。易溶于水、乙醇和丙酮。有氧化性。水中溶解度：

|                                |       |       |       |       |
|--------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C                          | 0     | 18    | 24    | 60.5  |
| $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , % | 41.53 | 45.14 | 46.51 | 62.50 |

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将圆底烧瓶置于水浴上，插入一支带分枝的应接管，使其与回流冷凝器相连。在冷凝器上接一导气管，与两个200mL洗瓶相连。在应接管口再插入一根玻璃管，用以供空气进入瓶内。在烧瓶中注入120mL水和330mL硝酸（相对密度1.38）加热至40~50℃，从应接管口加入细铁屑。在洗瓶中各注入60mL硝酸，将洗瓶与一个水喷射泵相连。反应产生的氮的氧化物经洗瓶而被吸收。反应经2~2.5小时，约加入铁屑60g。将制得溶液滤入瓷皿，蒸发至形成结晶膜，然后从洗瓶中倾出225mL硝酸加入皿中，用玻璃棒搅拌后，将皿在0℃以下结晶（如不结晶可投入硝酸铁晶种）。吸滤结晶用20%硝酸20~30mL洗涤几次，立即置于密封瓶中。母液可循环使用。

**用途** 用作催化剂及媒染剂。

### 参 考 文 献

〔1〕 Ю. Б. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》化学工业出版社，164，1964。

### 硝 酸 铟

I-1(7)-0013

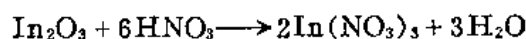
Indium nitrate

**分子式**  $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 4\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 381.90

**理化性质** 白色结晶。受热先脱去结晶水，再加热则分解。在空气中易潮解。极易溶于水，溶于乙醇。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将氧化铟溶于稍过量的稀硝酸中，置于水浴上浓缩。冷却后析出结晶。将结晶放入氯化钙干燥器中，经两个月可得到4 $\frac{1}{2}$ 水合硝酸铟。

**用途** 用作分析试剂和氧化剂。

**安全与贮存** 防潮，密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，654，1977。

### 硝 酸 镧

I-1(7)-0014

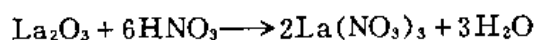
Lanthanum nitrate

**分子式**  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 433.02

**理化性质** 白色结晶。有潮解性。熔点 $40^\circ\text{C}$ 。 $126^\circ\text{C}$ 分解。极易溶于水和乙醇；溶于丙酮。有氧化性。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将稍过量的氧化镧溶于热浓硝酸中，过滤除去未溶解的氧化物。冷却后析出硝酸镧结晶。过滤，干燥即得成品。

**用途** 用作分析试剂和防腐剂。用于制备镧化合物。

**安全与贮存** 有毒。对大鼠腹腔注射 $\text{LD}_{50}$ 450mg/kg。防潮，密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座8，无机化合物の合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，692，1977。

### 硝 酸 铅

I-1(7)-0015

Lead nitrate

**别名** Plumbous nitrate

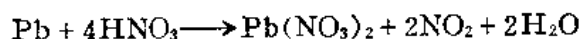
**分子式**  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

**分子量** 331.20

**理化性质** 无色或白色结晶。相对密度 $d^{20}_4$ 4.53。熔点 $470^\circ\text{C}$ （分解）。溶于水，水溶液呈弱酸性；微溶于甲醇；不溶于乙醇和浓硝酸。加热至 $200^\circ\text{C}$ 以上即分解为 $\text{PbO}$ 、 $\text{NO}_2$ 和 $\text{O}_2$ 。水中溶解度：

|                                |      |      |      |      |      |      |
|--------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$            | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2, \%$ | 27.3 | 35.2 | 41.9 | 47.8 | 52.7 | 57.1 |

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将100g铅粒在加热下溶于125mL硝酸（相对密度1.40，分析纯）。冷却后沉出硝酸铅细小结晶粉末，用硝酸以倾析法洗涤2~3次，吸滤得粗品。取150g硝酸铅粗品，在加热下溶于150mL水中，趁热过滤。在滤液中加入2mL硝酸（化学纯，相对密度1.40）。冷却，吸滤出结晶，干燥。产量65g，产率43%。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂、照相增感剂。用于制版等。

**安全与贮存** 有毒。车间空气最高允许浓度 $0.32\text{mg}/\text{m}^3$ 。与有机物接触摩擦撞击，易引起燃烧和爆炸。于阴凉处密封保存。



## 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 316, 1974.

## 硝 酸 锂

I-1(7)-0016

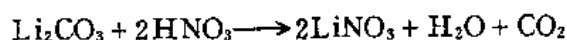
Lithium nitrate

分子式  $\text{LiNO}_3$ 

分子量 68.94

理化性质 无色结晶或白色结晶颗粒。相对密度2.38。熔点264℃, 600℃分解。易溶于水, 水溶液呈中性, 可溶于乙醇。易潮解。水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C               | 0    | 19   | 42   | 66   | 81.5 | 96   |
| $\text{LiNO}_3$ , % | 41.5 | 48.9 | 56.9 | 63.8 | 68.7 | 91.8 |

合成方法<sup>〔1〕</sup>

取740g碳酸锂(必要时, 可按常规方法除去钙、镁等杂质), 加水1000mL。在不断搅拌和加热下, 小心以65%的硝酸进行中和。此时有大量的二氧化碳逸出, 加酸速度应适宜, 防止溶液外溢。当溶液pH达3时, 停止加酸。煮沸约半小时, 再以氢氧化锂调至中性。过滤, 蒸发滤液至大部分结晶析出, 趁热分离出结晶, 于110℃干燥。欲得更纯产品可将所得硝酸锂溶于水重结晶。

用途 用作分析试剂、溶解降温剂。用于荧光体制造、热交换载体, 其他锂盐制造等。

安全与贮存 本品为低毒产品, 有潮解性和氧化性, 应防潮密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 J. W. Mellor, "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. II, Longmans, Green and Co., 802, 1956.

## 硝 酸 镁

I-1(7)-0017

Magnesium nitrate

分子式  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

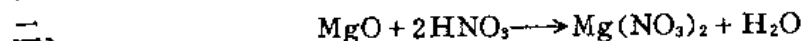
分子量 256.40

理化性质 白色结晶。易潮解。相对密度 $d_4^{20}$ 1.6363。熔点89℃。在330℃分解。极易溶于水, 溶于乙醇和液氨中。有强氧化性。水中溶解度:

|                                |      |      |      |      |      |      |
|--------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                          | 1    | 25   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ , % | 38.5 | 42.1 | 44.1 | 47.7 | 51.5 | 71.6 |

合成方法<sup>〔1,2,3〕</sup>

将84mL60%硝酸注入100mL水中, 在搅拌下分次少量加入36g三水合碱式碳酸镁。待不再产生二氧化碳后, 过滤, 除去不溶物。滤液在水浴上加热浓缩至原体积的1/3。于室温下放置数小时。抽滤析出的结晶, 用少量水洗涤, 置于空气中自然干燥。产物为六水合硝酸镁。产量约90g。



将200g工业氧化镁分次少量加入700mL相对密度为1.4的硝酸中。反应终止后, 应有部

分未反应的氧化镁存在。加20mL饱和硫化氢水，沉出重金属杂质。加热，过滤。滤液用硝酸酸化后，浓缩至表面形成结晶膜。冷却，抽滤析出的结晶，得到六水合硝酸镁，产量约600g。再用水重结晶数次。

**用途** 用于催化剂制备。焰火制造。

**安全与贮存** 有强氧化性、与有机物或易燃物接触、摩擦或撞击会引起燃烧或爆炸。防潮，密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] (日)日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 588, 1977.  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 217, 1974.  
[3] Н. Г. 克留乞尼科夫著, 申泮文等译:《无机合成手册》, 高等教育出版社, 253, 1957。

## 硝 酸 锰

I-1(7)-0018

Manganese nitrate

**别名** 硝酸亚锰 Manganous nitrate

**分子式**  $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 287.03

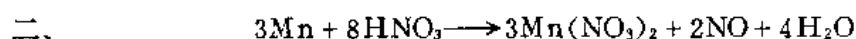
**理化性质** 淡玫瑰色长针状菱形晶体。相对密度1.82。熔点25.8℃。沸点129.4℃。易潮解。极易溶于水；溶于乙醇。在160~200℃分解为二氧化锰。水中溶解度：

|                                |       |       |       |       |
|--------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$            | 0     | 11    | 25    | 35.6  |
| $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2, \%$ | 50.49 | 54.50 | 62.37 | 76.82 |

## 合成方法<sup>[1]</sup>



将约100g碳酸锰缓缓加入到200mL相对密度1.2的硝酸中，直至不再溶解为止。过滤，滤液用硝酸调至微酸性，于60~70℃浓缩，至溶液冷却时出现结晶为止。浓缩液置于冷处过液。抽滤吸出的结晶，贮于磨口瓶中。产率约为70%。



将含锰76%的锰铁合金粉碎，取100g。于通风橱中在不断搅拌下分次少量加入到500mL相对密度为1.2的硝酸中。待氧化氮不再产生时，置于砂浴上加热，过滤。取出100mL滤液，加碳酸铵至溶液呈弱碱性，产生氢氧化铁和碳酸锰的沉淀。过滤，沉淀用水仔细洗涤后，加到其余的400mL滤液中。于90~95℃加热30分钟，此时 $\text{Fe}^{3+}$ 均以氢氧化铁形式沉淀出来，趁热过滤。滤液用硝酸酸化，在低于70℃下浓缩至相对密度1.63~1.65 (40℃)，冷却。加少量六水合硝酸锰晶种。抽滤析出的结晶，置于氢氧化钠干燥器中。放置一昼夜，以除去游离硝酸。产量300g。

**用途** 用作分析试剂及氧化剂。用于制备纯锰化合物。

**安全与贮存** 有毒。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 223, 1974.

**用途** 用作分析试剂、氧化剂。用于制药。

**安全与贮存** 避光，密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，947，1977。  
〔2〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство《Химия》，306，1974。

### 硝 酸 镍

I-1(7)-0021

Nickelous nitrate

**别名** 硝酸亚镍 Nickel nitrate

**分子式**  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 290.81

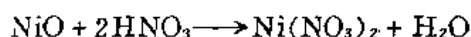
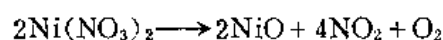
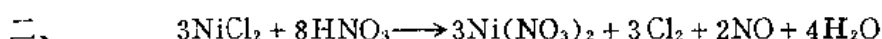
**理化性质** 绿色潮解性晶体。相对密度 2.05。熔点 56.7℃。沸点 136.7℃。在干燥空气中微风化。易溶于水，水溶液呈酸性（pH 约 4），溶于乙醇及氨水。水中溶解度（无水物）：

|                                |      |      |      |      |      |      |
|--------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                          | 0    | 20   | 40   | 60   | 80.6 | 99.5 |
| $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ , % | 44.2 | 48.5 | 54.3 | 61.1 | 65.6 | 69.2 |

### 合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



在 46g 碳酸镍中加入 140mL 水，搅匀后，逐渐加入相对密度为 1.4 的硝酸（分析纯）90mL，溶解后过滤。蒸发滤液至体积为 140mL，冷却，吸滤出硝酸镍结晶，密封于磨口瓶中。产量 35~38g。



在皿中放入 57.5g 无水氯化镍（无钴试剂），500mL 水及 90mL 硝酸（分析纯，相对密度 1.4）。在通风下于水浴上蒸发至稀粥状，再移入镍坩埚或瓷坩埚中，于沙浴上在 500℃ 灼烧，得氧化镍。用热水洗去未赶净的  $\text{Cl}^-$  后，加入 58mL 上述硝酸。加热溶解后过滤，蒸发滤液至出现结晶膜。冷却，吸滤出硝酸镍结晶。置于磨口瓶中，产量 100~120g。



将电解镍溶于硝酸（分析纯），过滤后，蒸发滤液，冷却结晶，也可得本品。

**用途** 用作催化剂。用于陶瓷颜料及电镀。

**安全与贮存** 二级无机氧化剂，防止受热及撞击。密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство《Химия》，288，1974。  
〔2〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，896，1977。

### 硝 酸 钾

I-1(7)-0022

Potassium nitrate

**别名** 硝石；盐硝；火硝；硝酸加里，Saltpeter niter

**分子式**  $\text{KNO}_3$

**分子量** 101.10

**理化性质** 无色透明斜方或三方晶系结晶或白色粉末。相对密度  $d^{15}_4$  2.1091。129℃时转为三方晶系结晶。334℃熔融。400℃时分解析出氧气。易溶于水，溶于乙醇和甘油，不溶于无水乙醇。溶于水时降低温度，水溶液pH约为7。水中溶解度：

|                     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{KNO}_3, \%$  | 12.2 | 24.0 | 38.0 | 51.5 | 62.5 | 71.0 |

**提纯方法**<sup>(1,2)</sup> 将100g工业硝酸钾溶于80mL热水中。加入0.1g碳酸钾，煮沸，以除去杂质铁。过滤，滤液在搅拌下冷却。吸滤出结晶，干燥即得成品，产率可达97%。母液可循环使用。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂、助熔剂、玻璃澄清剂。用于钾盐合成。制造火药、火柴。

**安全与贮存** 本品为强氧化剂，与有机物、还原剂、酸类隔离贮运。防止剧烈摩擦。远离火源，于阴凉处避光密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 121, 1974.  
 (2) [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(II)", 丸善株式会社, 540, 1977.

### 亚 硝 酸 钾

I-1(7)-0023

Potassium nitrite

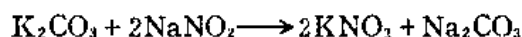
分子式  $\text{KNO}_2$ 

分子量 85.11

**理化性质** 白色或微黄色潮解性结晶。相对密度1.915，熔点440℃ (350℃开始分解)。被稀酸分解生成亚硝酸酐。溶于水，微溶于乙醇。水溶液呈碱性。水中溶解度：

|                     |      |       |      |       |       |       |
|---------------------|------|-------|------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 20    | 40   | 60    | 80    | 100   |
| $\text{KNO}_2, \%$  | 73.6 | 75.41 | 77.0 | 77.75 | 78.98 | 80.35 |

**合成方法**<sup>(1)</sup>



将试剂亚硝酸钠及碳酸钾先分别准确测定其含量。合成时，亚硝酸钠用量比理论量多4%可获得最佳效果。取1200g碳酸钾溶于1100mL水中，加热后向其中加入由1248g亚硝酸钠与1340mL水制成的热溶液。将混合液在水浴上蒸发至相对密度在70℃时为1.47时为止。随时将析出的碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) 结晶滤去。溶液放冷后，又将碳酸钠水合物析出，滤去。将滤液再次蒸发至相对密度为1.62 (20℃)，冷却，此时开始析出亚硝酸钾结晶。所得粗品还需用水重结晶以除去碳酸钠杂质。母液可循环使用。

**用途** 用作分析试剂。用于有机合成、钢铁分析。

**安全与贮存** 本品为氧化剂。与有机物接触、摩擦、撞击能引起燃烧或爆炸。应密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва Издательство «Химия», 120, 1974.

### 硝 酸 银

I-1(7)-0024

Silver nitrate

分子式  $\text{AgNO}_3$ 

分子量 169.87

**理化性质** 无色菱形片状结晶。相对密度  $d^{19}_4$  4.352。熔点 212℃, 444℃ 分解为银、氧、氮及氮的氧化物。在空气中稳定。但与有机物及硫化物接触则变暗。易溶于水、氨水及甘油; 溶于乙醇、甲醇和异丙醇; 微溶于乙醚; 难溶于丙酮和苯; 几乎不溶于浓硝酸。水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$ | 0    | 10   | 20   | 30   | 50   | 75   | 100  |
| $\text{AgNO}_3, \%$ | 55.6 | 63.3 | 69.5 | 74.0 | 80.2 | 85.5 | 90.0 |

#### 合成方法<sup>(1,2)</sup>



取 43 mL 硝酸 (相对密度 1.40) 与 45 mL 水混合并加热到 50℃, 将 60 g 银屑慢慢地加入以上的热溶液中。待银全溶后, 过滤, 滤液蒸发至表面出现结晶膜。在不断搅拌下, 冷却, 抽滤。用冰水将结晶洗 2 次。将母液和洗液合并, 同样进行蒸发和结晶。合并二部分结晶, 于 110℃ 烘干, 移入棕色玻璃瓶中贮存。得硝酸银 95 g, 产率 96%。

**用途** 用作分析试剂、基准试剂。用于  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{Br}^-$ 、 $\text{I}^-$ 、 $\text{CN}^-$ 、 $\text{SCN}^-$  等的测定, 测 Mn 时作催化剂。用于电镀业、胶片制造及银盐制备。

**安全与贮存** 本品有毒, 并具有腐蚀性, 刺激皮肤、粘膜, 吞下会发生严重溃疡性肠炎致死。避光密闭保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 333, 1974.
- [2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成 (II)" 丸善株式会社, 928, 1977.

### 亚 硝 酸 钴 钠

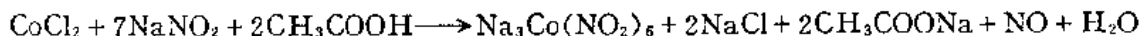
I-1(7)-0025

Sodium cobaltinitrite

**分子式**  $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$  **分子量** 412.94

**理化性质** 黄色或橙黄色粉末。加热则分解。极易溶于水; 微溶于乙醇。水溶液不稳定。如加数滴乙酸, 可保持约三个月之久。

#### 合成方法<sup>(1)</sup>



将 150 g 工业亚硝酸钠溶于 150 mL 热水中, 冷却至 40~50℃。加 50 g 六水氯化钴, 再分次少量加入 50 mL 50% 乙酸。通入强烈的空气流半小时, 以赶出生成的氧化氮。静置 2 小时, 过滤, 小心抽滤沉淀。若滤液不十分透明时, 用同一滤器再次过滤。因过滤速度很慢, 应尽量避免此项操作。沉淀中含有亚硝酸钴钾, 可用 50 mL 水, 在 70~80℃ 洗涤沉淀。过滤, 除去钾盐结晶, 洗液与前面的滤液合并, 总体积约 300 mL。在不断搅拌下, 慢慢注入 250 mL 乙醇, 析出亚硝酸钴钠结晶。放置数小时后, 抽滤, 结晶每次用 25 mL 乙醇洗涤四次, 再每次用 25 mL 乙醚洗涤二次, 于空气中干燥。

如欲制备更纯的产品, 可将上述产物溶于 1.5 倍重的水中, 抽滤, 除去少量不溶物。向透明滤液中慢慢注入等体积的含 1~1.3% 乙酸的乙醇。抽滤析出的结晶, 用乙醚和乙醇洗涤后, 在低于 80℃ 下干燥。产量约 40 g。

**用途** 用作微量分析钾的试剂。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 258, 1974.

## 硝 酸 钠

I-1(7)-0026

Sodium nitrate

分子式  $\text{NaNO}_3$ 

分子量 84.99

理化性质 无色透明结晶。相对密度 2.261。熔点  $306.8^\circ\text{C}$ 。加热到  $380^\circ\text{C}$  时分解为亚硝酸钠和氧。溶于水, 微溶于甲醇和甘油。有氧化性。水中溶解度:

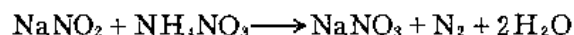
|                     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, $^\circ\text{C}$ | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{NaNO}_3$ , % | 42.2 | 46.7 | 50.5 | 54.9 | 59.7 | 64.3 |

提纯方法<sup>(1,2)</sup>

一、在瓷皿中加入 1000g 工业硝酸钠, 加 200~300mL 水, 使水面稍能盖住结晶。搅拌 3~4 小时, 抽滤干结晶, 每次用 30mL 水洗涤 2~3 次。可制得纯度较高的硝酸钠 800g, 氯离子 ( $\text{Cl}^-$ ) 含量可由原来的 0.5% 降至 0.01% 以下。

提纯后的硝酸钠, 用格利斯试剂测定其亚硝酸盐含量, 若超过 0.0005%, 可按下述方法处理。

将 500~600g 硝酸钠溶于 400~430mL 热水中, 按计算量加入硝酸铵, 加热沸腾两小时, 以分解亚硝酸根。反应为:



趁热过滤, 滤液冷却至室温, 抽滤析出的结晶, 每次用 30mL 水洗涤 2~3 次。产量约 350g。

二、将工业硝酸钠的饱和溶液加热至沸, 加入相对密度为 1.35 的硝酸, 其重量为硝酸钠重量的十分之一。搅拌至冷却, 析出的结晶用 10% 硝酸洗涤。然后小心加热以除去附着的硝酸。

三、将 100g 工业硝酸钠加 200g 水, 加热溶解, 用碳酸钠溶液调至弱碱性。所含杂质形成沉淀, 过滤除去。滤液浓缩至约 150g, 不时搅拌下冷却至析出结晶, 抽滤, 用少量水洗涤结晶, 将所得到的结晶用水重结晶三次, 可得高纯度产品。

用途 用作高纯分析试剂、光谱试剂、氧化剂。用于合成染料、制焰火与炸药。

安全与贮存 固体硝酸钠有较强的氧化性, 与硫或有机物等摩擦或撞击能引起燃烧或爆炸。密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 246, 1974.  
(2) [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成 (II)", 丸善株式会社, 488, 1977.

## 亚 硝 酸 钠

I-1(7)-0027

Sodium nitrite

分子式  $\text{NaNO}_2$ 

分子量 69.00

硫酸亚铁或硫酸铜分别检验溶液中是否存在 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ 或 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ ，若存在这两种离子，还应加2~3g亚硝酸钠，并再次加热。将溶液滤至瓷皿中，加热至80℃。在搅拌下加入含73g五水合硫酸铜的溶液150mL，生成浅绿色沉淀，上层溶液澄清后倾去，用约25℃的温水以倾析法洗涤沉淀至洗涤液中不含 $\text{SO}_4^{2-}$ 为止。

取40g碳酸氢钠溶于少量水。用此溶液分解沉淀，同时生成碳酸铜沉淀，过滤，洗涤。将滤液和洗涤液合并，加6~8mL乙酸，加热浓缩至原体积的一半时。加1.5~2g乙酸钡，以充分除去 $\text{SO}_4^{2-}$ 。过滤，滤液置水浴上浓缩至析出结晶薄膜时，冷却。将析出的结晶用热水重结晶，于40℃干燥，得成品。

**用途** 用作分析试剂。用于色谱分析。

**安全与贮存** 本品有毒，对狗口服MLD200mg/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 265, 1974.

### 硝 酸 锶

I-1(7)-0029

Strontium nitrate

分子式  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 

分子量 211.63

**理化性质** 白色颗粒或粉末。易吸潮。相对密度2.986。熔点570℃。溶于水，水溶液呈中性；微溶于无水乙醇、丙酮。水中溶解度：

|                                |      |      |      |      |      |      |      |
|--------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$            | 0.1  | 20   | 29.3 | 35   | 60   | 80   | 105  |
| $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2, \%$ | 28.2 | 40.7 | 47.0 | 47.2 | 48.3 | 49.2 | 51.2 |

### 合成方法<sup>(1,2)</sup>



将147g(1mol)碳酸锶加300mL水搅成浆状，加入126mL浓硝酸，加热煮沸数分钟，滤除不溶物。滤液经用少量硫酸、草酸、硫化氢分步沉淀除去钡、钙、重金属及铁等杂质后，加硝酸调至pH2，浓缩结晶。得硝酸锶约150g，产率70%。

**提纯方法** 将500g工业硝酸锶溶于4L水中，加热至70~80℃。另取7.5g重铬酸铵溶于含有2.5mL浓氨水的300mL水中，将此溶液以细流加入上述热溶液中。将混合物加热1小时，静置过夜，过滤除去铬酸钡沉淀。滤液加热至75~80℃，用12mL硝酸酸化，加入35mL 40%甲醛，以使 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 还原成 $\text{Cr}^{3+}$ 。加入25mL氨水，此时生成氢氧化铬沉淀。过滤除去。将滤液蒸发至相对密度为1.45，冷却结晶，得成品。母液可循环使用。用此法可使杂质钡的含量低于0.02%。

**用途** 用作电子管阴极材料、焰火材料、光谱分析试剂。

**安全与贮存** 本品为强氧化剂。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(II)", 丸善株式会社, 620, 1977.  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 341, 1974.

## 硝酸亚铊

I-1(7)-0030

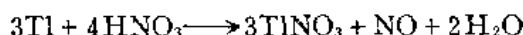
Thallous nitrate

分子式  $\text{TlNO}_3$ 

分子量 266.37

**理化性质** 白色结晶。有三种异构体。 $\alpha$ 型为立方晶系, 相对密度 5.30 (145℃)。熔点 206℃。沸点 430℃。 $\beta$ 型为六方晶系, 相对密度 5.46 (80℃), 于 142℃ 转变为  $\alpha$  型。 $\gamma$ 型为斜方晶系结晶, 在 25℃ 以下稳定。相对密度 5.56 (21.4℃), 于 75℃ 转变为  $\beta$  型。溶于水和丙酮。水溶液呈中性; 不溶于乙醇。水中溶解度:

|                     |      |      |       |       |       |       |
|---------------------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C               | 0    | 20   | 40    | 60    | 80    | 100   |
| $\text{TlNO}_3$ , % | 3.26 | 8.72 | 17.33 | 31.55 | 52.60 | 80.54 |

合成方法<sup>〔1〕</sup>

将金属铊粉末溶于稀硝酸中, 过滤。将滤液加热浓缩, 冷却后析出结晶。用热水重结晶。于 110℃ 干燥, 得成品。

**用途** 用作分析试剂, 定量分析共存的氯、溴和碘。也用作光导纤维材料。

**安全与贮存** 有毒。狗口服 LD45mg/kg。密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编: “新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成 (II)”, 丸善株式会社, 658, 1977.

## 硝酸钍

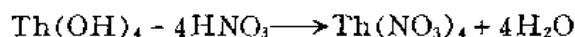
I-1(7)-0031

Thorium nitrate

分子式  $\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 552.12

**理化性质** 无色结晶或粉末。相对密度 2.80。在空气中加热至 85℃ 分解。极易溶于水、乙醇; 微溶于丙酮和乙醚。水溶液呈强酸性。有放射性。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

将 100g 九水合硫酸钍溶于水, 搅拌下加入氨水, 沉淀出氢氧化钍。将混合物煮沸数分钟。抽滤出沉淀, 用水洗涤至洗液中不含  $\text{SO}_4^{2-}$  为止。将沉淀溶于相对密度 1.40 的浓硝酸, 水浴上蒸干, 得到四水合硝酸钍结晶。

**用途** 用作分析试剂, 氟的测定及氧化剂。

## 参 考 文 献

〔1〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 358, 1974.

## 硝酸铀酰

I-1(7)-0032

Uranyl nitrate

别名 硝酸双氧铀

分子式  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

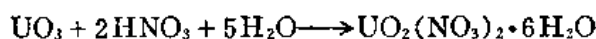
分子量 502.12



**理化性质** 黄色结晶，发绿色荧光。在潮湿空气中潮解，在干燥空气中汽化。相对密度  $d^{18}_4$  2.807。熔点  $60^\circ\text{C}$ 。  $100^\circ\text{C}$  分解。沸点  $118^\circ\text{C}$ 。溶于水；易溶于乙醇、乙醚、乙酸及丙酮。水溶液呈酸性。水中溶解度：

|                                  |       |       |       |       |       |       |
|----------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$              | 0     | 12.3  | 25.6  | 36.7  | 45.2  | 51.8  |
| $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2, \%$ | 49.46 | 52.88 | 57.17 | 61.27 | 65.12 | 67.76 |

#### 合成方法<sup>[1]</sup>



将39 mL相对密度为1.4的试剂硝酸加入到200 mL  $75\sim 80^\circ\text{C}$  的热水中，缓慢加入71 g 试剂三氧化铀。过滤，滤液在  $75\sim 80^\circ\text{C}$  蒸发至相对密度为1.5，于  $60^\circ\text{C}$  以下继续蒸发至最小体积。冷却至  $20^\circ\text{C}$ ，吸滤析出的结晶，室温下干燥，得成品。

**用途** 用作影片着色剂、分析试剂。用于瓷器釉彩及血钠测定。

**安全与贮存** 放射性物品。避光，密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 366, 1974.

### 硝 酸 锌

I -1(7)-0033

Zinc nitrate

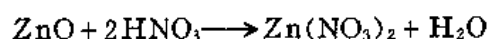
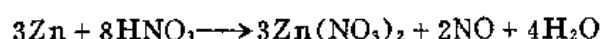
**化学式**  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 297.47

**理化性质** 无色结晶。易潮解。相对密度  $d^{14}_4$  2.065。熔点  $36.4^\circ\text{C}$ 。加热到约  $37^\circ\text{C}$  即熔于结晶水中。于  $105\sim 131^\circ\text{C}$  失去全部结晶水。溶于水及乙醇。水溶液呈酸性，5%的溶液 pH 为 5.1。水中溶解度：

|                                                          |      |      |      |      |      |      |
|----------------------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^\circ\text{C}$                                      | 0    | 18   | 25   | 35   | 40   | 45.5 |
| $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}, \%$ | 48.7 | 53.7 | 55.9 | 55.5 | 67.4 | 77.8 |

#### 合成方法<sup>[1]</sup>



取450 mL水及320 mL硝酸（相对密度1.4）置于大瓷皿中。加热至  $50^\circ\text{C}$ ，在通风下将125 g 锌粒（或160 g 氧化锌）分次少量加入溶液内。至全部溶解后静置，过滤。蒸发滤液至相对密度为1.61时，在搅拌下冷却至  $5\sim 10^\circ\text{C}$ 。吸滤出结晶，置于磨口瓶中保存。产量380~400 g，产率66~70%。

**用途** 用作分析试剂。用于有机合成。

**安全与贮存** 防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 397, 1974.

## 磷酸二氢铵

I-1(7)-0034

Ammonium dihydrogen phosphate

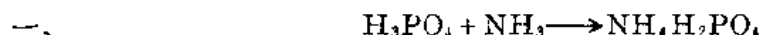
别名 磷酸一铵；一盐基磷酸铵 Ammonium phosphate monobasic; Primary ammonium phosphate; Ammonium biphosphate; Ammonium acid phosphate

分子式  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 

分子量 115.03

理化性质 无嗅结晶或白色结晶性粉末。相对密度 $d_{4}^{20}$ 1.803。熔点  $190^{\circ}\text{C}$ 。 $100^{\circ}\text{C}$ 时有小部分分解，高于熔点则分解失去氨和水而形成聚偏磷酸铵和磷酸的混合物。溶于水，水溶液呈酸性；微溶于乙醇；不溶于丙酮。水中溶解度：

|                                        |      |      |      |      |      |      |      |
|----------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^{\circ}\text{C}$                  | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4, \%$ | 18.5 | 22.8 | 27.2 | 36.2 | 45.2 | 54.2 | 63.4 |

合成方法<sup>(1,2,3)</sup>

在100mL浓氨水（相对密度0.91）中，分次少量地加入相对密度为1.7的磷酸，直到取少量溶液用氯化钡检验不再生成沉淀时为止（或用甲基橙试验溶液由黄变橙）。所用磷酸总量约为90mL，溶液显强酸性。然后在水浴上蒸发至析出结晶。冷却，吸滤，将结晶置于两层滤纸中间干燥。产品为分析纯。

二、在磷酸氢二铵溶液中，加入磷酸，其用量需使甲基橙由黄色变为橙色为止。然后静置，析出结晶，干燥。即为成品。

用途 用作分析试剂（沉淀镁、锌、镍和铀等）、缓冲剂。用于照相制版。

安全与贮存 于干燥阴凉处密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，60，1964。  
 [2] Н. Г. 克雷乞尼科夫著，申泮文等译：《无机合成手册》，高等教育出版社，254，1957。  
 [3] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 47, 1970.

## 磷酸氢二铵

I-1(7)-0035

Di-ammonium hydrogen phosphate

别名 磷酸二铵；二盐基磷酸铵 Ammonium phosphate, dibasic; Secondary ammonium phosphate

分子式  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 

分子量 132.05

理化性质 无色透明结晶。相对密度1.619。熔点 $155^{\circ}\text{C}$ （分解）。溶于水，不溶于乙醇、丙酮和氨。在空气中放置逐渐失去氨而变成磷酸二氢铵。水中溶解度：

|                                   |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^{\circ}\text{C}$             | 0    | 10   | 20   | 40   | 60   | 70   |
| $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4, \%$ | 30.0 | 38.6 | 40.8 | 45.0 | 49.3 | 51.4 |

合成方法<sup>(1,2)</sup>

在冷却下，向360g纯的磷酸（相对密度1.12）溶液中分次少量地加入纯的氨水（相对密度0.91），直到溶液呈现明显的碱性为止（pH为8）。将溶液蒸发至相对密度为1.41，重

新加入氨水,直至溶液对酚酞指示剂呈碱性反应。冷却。吸滤析出的结晶,约得160 g粗品(含有氯化铵)。将其溶于600 mL水,向溶液中加入氨水至呈碱性。煮沸。过滤。蒸发到相对密度1.41后,冷却到6~18℃,再加入少许氨水。吸滤。将结晶置滤纸中间压挤,在不超过60℃干燥,得成品,产量70 g。

**用途** 用作分析试剂(镁、锌、镍等沉淀剂)、缓冲剂及浸种剂。

**安全与贮存** 密封贮存于磨口玻璃瓶中。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著,于忠等译:《无机化学试剂手册》,中国工业出版社,59,1964。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 48, 1974.

### 磷 酸 铵

I-1(7)-0036

#### Ammonium phosphate

**别名** 磷酸三铵 Triammonium phosphate; 三盐基磷酸铵 Ammonium phosphate, tribasic; Ammonium orthophosphate

**分子式**  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  **分子量** 203.13

**理化性质** 白色片状结晶。易溶于水,水溶液呈中性或弱碱性;不溶于乙醇和乙醚。在空气中能失去部分氨。

**合成方法** <sup>(1,2)</sup>



一、将30 g磷酸氢二铵溶于300 mL水中,与37.5 g氯化铵溶于300 mL水的溶液相混合。加热到60℃,再加入氨水(相对密度0.93)300 mL。于密闭容器中充分冷却。吸滤出结晶,用浓氨水洗涤,干燥,即得成品。

二、在磷酸氢二铵的饱和溶液中加入过量氨水(浓),直至析出磷酸铵结晶。分离结晶并干燥,即得产品。

**用途** 用作分析试剂、软水剂及甘蔗催芽剂。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 48, 1974。  
[2] Н. Г. 克留乞尼科夫著,申泮文等译:《无机合成手册》,高等教育出版社,256,1967。

### 磷 酸 氢 钙

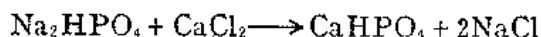
I-1(7)-0037

#### Calcium hydrogen phosphate

**别名** Secondary calcium phosphate; Dicalcium orthophosphate; Dicalcium phosphate; Calcium monohydrogen phosphate

**分子式**  $\text{CaHPO}_4$  **分子量** 136.06

**理化性质** 无色结晶。相对密度2.892。二水合物为无色单斜晶系结晶,相对密度2.306。无水物红热时脱水为焦磷酸钙。难溶于水;不溶于乙醇;微溶于酸。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将90 g 二水合磷酸氢二钠和5 g 磷酸二氢钾溶于1 L 热水中,再冷却至室温。另将110 g 六水合氯化钙溶于1 L 水中。用滴液漏斗分别将上述两种溶液以相同速度,在搅拌下缓缓滴加到由10 g 磷酸二氢钾溶于0.5 L 水所形成的溶液中。此溶液的pH值为4,加入甲基红指示剂,使反应过程中溶液的pH值保持4~5。当pH值变高时可用磷酸二氢钾溶液调节。滴加完毕(约2.5~3小时)后,吸滤,结晶用0.16M  $\text{H}_3\text{PO}_4$  洗涤三次,再用乙醇溶液洗涤。为得到纯净产品,洗涤必须迅速而且不间断地进行(不超过20分钟)。于空气中干燥。产物为二水合物。

制备无水磷酸氢钙的操作与上述方法相同,只是产生沉淀的温度应保持在100℃。洗涤液pH为3的磷酸溶液,每次用330 mL,洗涤三次,再用无水乙醇洗涤。

**用途** 用作分析试剂、塑料固定剂及医药等。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 604, 1977。  
[2] John C. Bailar, J. R. 主编, 张允什译:《无机合成》, 第四卷, 科学出版社, 18, 1962。

## 磷 酸 氢 镁

I-1(7)-0038

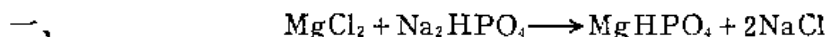
Magnesium hydrogen phosphate

**别名** Magnesium phosphate dibasic

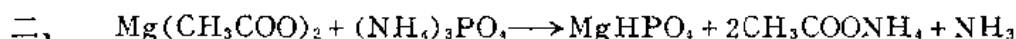
**分子式**  $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 174.35

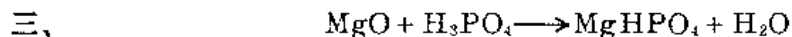
**理化性质** 白色结晶。相对密度 $d_{25}^{25}$  2.123。在205℃熔融,同时脱水。550~600℃分解。微溶于水,溶于酸。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将59.5 g 六水合氯化镁溶于350 mL 水中。另将104.3 g 十二水合磷酸氢二钠也溶于350 mL 水中。将二者混合,置于65℃水浴上陈化两昼夜。得到三水合磷酸氢镁结晶。



浓度均为1 mol/L 的乙酸镁和磷酸三铵以等体积慢慢混合,保持溶液pH为4。放置过夜,析出三水合磷酸氢镁结晶。



在盛有磷酸的反应器中,在不断搅拌下徐徐加入纯的镁盐(硫酸镁、氯化镁、碳酸镁或氧化镁),控制pH在5左右。过滤,冷却。在36℃以上取结晶,即得磷酸氢镁三水合物(如在36℃以下结晶则得七水合物)。

**用途** 用作分析试剂、塑料稳定剂、食品添加剂。用于医药工业。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 590, 1977。  
[2] 天津化工学院等编:《无机盐工业手册》, 下册, 化学工业出版社, 69, 1981。

## 磷 酸 钾

I-1(7)-0039

Potassium phosphate

别名 磷酸三钾 Tripotassium phosphate; Tripotassium orthophosphate; Potassium Phosphate normal; Potassium phosphate tertiary; Potassium phosphate tribasic

分子式  $K_3PO_4 \cdot 3H_2O$ 

分子量 266.31

理化性质 无水物为白色单斜结晶。相对密度  $d_4^{20} 2.564$ 。熔点  $1340^\circ C$ 。有潮解性。易溶于水；不溶于乙醇。水溶液呈强碱性。水中溶解度：

|                           |      |      |      |
|---------------------------|------|------|------|
| $t, ^\circ C$             | 0    | 25   | 45   |
| $K_3PO_4 \cdot 3H_2O, \%$ | 43.7 | 50.8 | 59.7 |

提纯方法<sup>(1)</sup> 将300 g 磷酸钾溶于180 mL水，向此溶液中通入氨气2~3小时，大量的三水合磷酸三钾析出。在干燥的空气中抽干，得成品。

用途 用作分析试剂、软水剂、缓冲剂。用于制造液体肥皂及制药工业。

安全与贮存 防潮密封保存

## 参 考 文 献

- (1) G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", I Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 488, 1960.

## 无水磷酸氢二钾

I-1(7)-0040

Dipotassium hydrogen phosphate, anhydrous

别名 磷酸二钾 Dipotassium phosphate; Potassium Phosphate dibasic

分子式  $K_2HPO_4$ 

分子量 174.18

理化性质 白色有吸湿性颗粒或结晶性粉末。极易溶于水，水溶液对酚酞呈微碱性。溶于乙醇。

合成方法<sup>(1)</sup>



将190 g 碳酸钾溶于水中，在搅拌下慢慢加入100 mL试剂磷酸。蒸发溶液至不再放出二氧化碳为止。然后向其中加入约含10 g 氢氧化钾浓溶液至使酚酞呈浅红色。将溶液放入瓷皿中在砂浴上蒸发，温度应不高于 $125^\circ C$ 。当皿底出现盐层时，须不断猛烈搅拌，使皿中逐渐形成整块物质。迅速将其置入烘箱中于 $105 \sim 110^\circ C$ 干燥，粉碎后再干燥1小时。取出密封，产量300 g。

欲得水合物结晶可将中和后的溶液蒸发到相对密度为1.70，并在室温下撒入晶种，放置两昼夜令其结晶。吸滤出结晶，密封保存。

用途 用作分析试剂和缓冲剂。用于抗菌素培养。

安全与贮存 防潮、密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 141, 1974.

用途 用作分析试剂, 用于铈盐、镁和锰的测定。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编: “新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)”丸善株式会社, 497, 1977。  
〔2〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 248, 1974.

### 磷酸二氢钠

I-1(7)-0043

Sodium dihydrogen phosphate

别名 磷酸一钠 Sodium phosphate monobasic

分子式  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

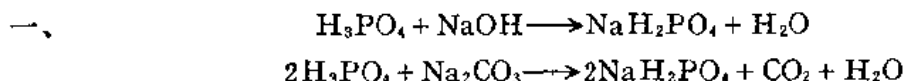
分子量 156.01

理化性质 无色结晶或白色粉末。相对密度1.91。熔点60℃。在105℃时脱水, 成为无水物。

易溶于水; 不溶于乙醇。水中溶解度:

|                               |       |       |       |       |       |       |
|-------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$           | 0.1   | 20    | 40    | 60    | 80    | 99.1  |
| $\text{NaH}_2\text{PO}_4, \%$ | 36.66 | 46.00 | 58.01 | 64.20 | 67.46 | 71.14 |

#### 合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



将浓度接近1:1(摩尔比)的氢氧化钠溶液或摩尔比为2:1的碳酸钠溶液, 缓缓加入到浓磷酸溶液中, 搅拌, 调节溶液的pH为4.4~4.6, 过滤。滤液加热浓缩后, 冷却至室温, 析出结晶后抽滤, 结晶于室温下干燥, 得成品。



溶解90g十二水合磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )于60mL水中, 加入相对密度为1.70的磷酸18mL, 溶液对石蕊应呈酸性反应。静置4小时, 放入0.1g活性炭, 过滤, 蒸发滤液至出现结晶膜。冷却, 搅拌至析出结晶。抽滤, 于室温下干燥。产量80g, 产率90%。

用途 用作分析试剂、缓冲剂、软水剂。用于细菌培养。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编: “新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 496, 1977。  
〔2〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 281, 1974.

### 磷酸氢二钠

I-1(7)-0044

Sodium hydrogen phosphate

别名 磷酸二钠 Disodium phosphate; 双盐基磷酸钠 Sodium phosphate dibasic dodecahydrate; Disodium hydrogen phosphate; Disodium orthophosphate

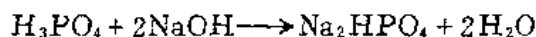
分子式  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

分子量 358.14

理化性质 无色透明柱状结晶。在空气中风化。相对密度1.52。在35.1℃熔融并脱去5分子结晶水, 100℃成无水盐。溶于水; 不溶于乙醇。水中溶解度:

|                               |      |      |       |       |       |       |
|-------------------------------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$           | 0.05 | 20   | 39.2  | 60    | 80    | 99.77 |
| $\text{Na}_2\text{HPO}_4, \%$ | 1.65 | 7.11 | 34.13 | 45.32 | 48.02 | 50.53 |

#### 合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



配制浓磷酸溶液，再配制浓度与其相似的碳酸钠或氢氧化钠溶液（按计算量）。将其注入磷酸溶液中，至溶液 pH 为 8.9~9.0。过滤，滤液浓缩后，于室温下冷却，抽滤出结晶，置于滤纸上干燥。

用水反复重结晶可制得更纯的产品。

**用途** 用作分析试剂及 pH 基准试剂。用于织物和木材的防火剂和焊药。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，495，1977。  
〔2〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство «Химия》，282，1974。

## 磷 酸 钠

I-1(7)-0045

Sodium phosphate

**别名** 正磷酸钠；磷酸三钠 Sodium phosphate tribasic; Sodium orthophosphate; Trisodium phosphate; Tertiary sodium phosphate

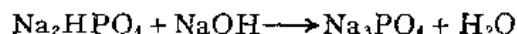
**分子式**  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 380.12

**理化性质** 无色或白色结晶。在干燥空气处易风化。相对密度  $d^{20}_4$  1.62。在 73.3~76.7℃ 熔融并部分脱水。在 100℃ 失去全部结晶水。溶于水，水溶液呈强碱性；不溶于二硫化碳和乙醇。水中溶解度：

|                              |     |      |      |      |      |
|------------------------------|-----|------|------|------|------|
| t, °C                        | 0   | 20   | 40   | 60   | 75   |
| $\text{Na}_3\text{PO}_4$ , % | 4.3 | 10.8 | 16.8 | 28.5 | 35.1 |

### 合成方法<sup>〔1,2〕</sup>



将 90g 十二水合磷酸氢二钠溶于 70mL 热水中，加 9.8g 氢氧化钠，搅拌至完全溶解。过滤，滤液浓缩至相对密度为 1.34 后，搅拌下冷却至析出结晶，用布氏漏斗抽滤。再用热水进行重结晶。产量 60g，产率 63%。

**用途** 用作分析试剂，微量分析测定铈。也用作软水剂及金属清洗剂。用于糖的提纯、照相制版。

### 参 考 文 献

- 〔1〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство «Химия》，283，1974。  
〔2〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，495，1977。

## 次 磷 酸 钠

I-1(7)-0046

Sodium hypophosphite

**别名** Sodium phosphinate

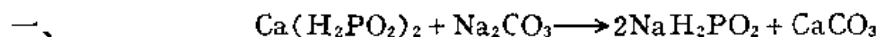
**分子式**  $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

**分子量** 105.99

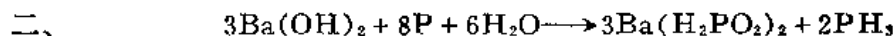
**理化性质** 无色结晶或白色颗粒。易潮解。易溶于水、乙醇和甘油；微溶于无水乙醇；不溶

于乙醚。具有强还原性。强热时析出的磷化氢，能自燃。

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



取50%次磷酸钙的悬浮液，加入十水合碳酸钠结晶，直至溶液呈弱碱性为止。过滤，洗涤沉淀。将滤液及洗涤液合并，于85~90℃浓缩至相对密度为1.43~1.45。室温下冷却，抽滤出结晶，为成品。



将120g氢氧化钡溶于1200mL水中，加入30g黄磷，加热到80℃，反应4小时。待黄磷完全反应并不再产生磷化氢时，滤去不溶性磷酸盐，滤液于45℃以下减压浓缩，得到一水合次亚磷酸钡结晶。将此钡盐与硫酸钠进行复分解，过滤，滤液加热浓缩至析出结晶，抽滤后将结晶于低温下干燥。得到一水合次亚磷酸钠结晶。注意：反应过程产生的磷化氢为有毒并且易燃的气体，需特别小心。

**用途** 用作分析试剂。用于测定砷、碘酸盐和临床检验。

**安全与贮存** 有强还原性，与氯酸盐或氧化剂接触会发生爆炸。强热时分解出磷化氢，剧毒，能自燃。防潮，于阴凉处密封保存。

#### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва Издательство «Химия», 278, 1974.  
[2] (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 488, 1977.

#### 无水焦磷酸钠

I-1(7)-0047

Sodium pyrophosphate, anhydrous

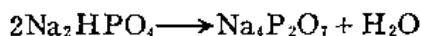
**别名** TSPP anhydrous; Tetrasodium pyrophosphate anhydrous

**分子式**  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$

**分子量** 265.90

**理化性质** 无色透明结晶或白色粉末。相对密度2.534。熔点880℃。溶于水，溶液呈强碱性。在热水中易转化为正磷酸盐( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ )。不溶于乙醇。

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



将十二水合磷酸氢二钠置于瓷皿中，用表玻璃盖住皿口，以防喷溅。于120~130℃干燥4~5小时，再于550~600℃灼烧2~3小时。可得无水焦磷酸钠。

将上面得到的焦磷酸钠用水反复重结晶，置铂皿中于500℃以上灼烧2~3小时，可得到纯度较高的产品。

**用途** 用作分析试剂、金属电解分析、软水剂、除锈剂、分散和乳化剂。

#### 参 考 文 献

- [1] (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 497, 1977.  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 269, 1974.



## 六偏磷酸钠

I-1(7)-0048

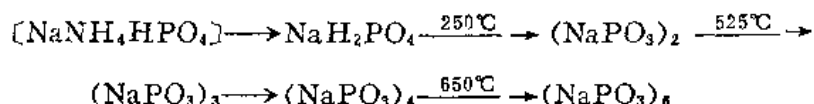
Sodium hexametaphosphate

别名 Calgon; Graham's salt

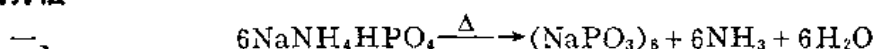
分子式  $(\text{NaPO}_3)_6$ 

分子量 611.76

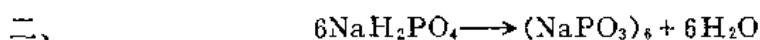
理化性质 六偏磷酸钠为偏磷酸钠的聚合物。根据制备温度不同, 偏磷酸钠可形成不同的聚合物。其形成过程可由下简式表示:



本品为白色粉末。相对密度2.484。溶于水, 水溶液呈微酸性。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将86g四水合磷酸氢铵钠置于100mL坩埚内, 小心加热至110℃, 保持2小时。然后将坩埚移至已加热到700~750℃的炉中, 加热4小时。将熔融物倾入外部用水冷却的铂皿中。冷却后从皿壁上刮下产品。产量40g。



将磷酸二氢钠置于铂皿中, 于700~900℃加热熔融, 经2~4小时, 熔融物变成透明, 内部气泡全部消失后, 倾入底部加以冷却的不锈钢皿内。迅速冷却得到薄片玻璃状产品。

用途 用作软水剂。

安全与贮存 有毒。对狗静脉注射LD<sub>50</sub>140mg/kg。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва Издательство «Химия», 262, 1974.  
[2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 494, 1977.

## 亚 砷 酸 钾

I-1(7)-0049

Potassium arsenite

分子式  $\text{K}_3\text{AsO}_3$ 

分子量 240.23

理化性质 无色针状小结晶, 易溶于水, 水溶液呈碱性。能溶于醇。

合成方法<sup>[1]</sup>

在苛性钾乙醇溶液中, 加入按反应式计算量的三氧化二砷粉末。装上回流冷凝器, 将此混合物长时间加热, 使三氧化二砷全部溶解。放置反应物分为两层, 用分液漏斗把下层的浆状物分离出来, 用乙醇振摇数次, 以除去游离苛性钾。然后用纯乙醇覆盖此浆状物, 在冷处放置数日, 即析出无水亚砷酸钾。分离去母液, 干燥, 得成品。

用途 用作分析试剂及还原剂。

安全与贮存 本品剧毒, 对大鼠 LD<sub>50</sub>14mg/kg。易吸湿并逐渐吸收二氧化碳而分解, 应防潮密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编：“实验化学讲座，9，无机化合物的合成と精制”，丸善株式会社，112，1958。

## 砷 酸 钠

I-1(7)-0050

Sodium arsenate

分子式  $\text{Na}_3\text{AsO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 423.93

理化性质 无色透明结晶。相对密度1.759。于85.5℃溶于结晶水中。溶于水 and 甘油；微溶于乙醇；不溶于乙醚。水溶液呈强碱性。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

将35g氢氧化钠溶于水，加20g三氧化二砷和17.5g硝酸钠，搅拌溶解。将溶液蒸发至干。于500~600℃灼烧蒸发后的残留物至熔融。冷却后溶于水，再浓缩至出现结晶。得到十二水合砷酸钠。亚硝酸钠实际上完全留在母液中。产率50~70%。



将砷酸氢二钠浓溶液，加入含有等当量的氢氧化钠溶液中进行中和。浓缩溶液至析出结晶。再用热水重结晶一次。

用途 用于杀虫、防腐、农业资源研究。

安全与贮存 有毒。密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，506，1977。

〔2〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство «Химия》，266，1974。

## 亚 砷 酸 钠

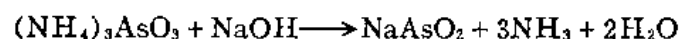
I-1(7)-0051

Sodium arsenite

分子式  $\text{NaAsO}_2$ 

分子量 129.91

理化性质 灰白色粉末或白色细微结晶。有潮解性，能从空气中吸收二氧化碳。相对密度1.87。易溶于水；微溶于乙醇。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

在激烈搅拌下，将100g三氧化二砷分次少量加入到250mL相对密度0.91的氨水中。加热后析出大量沉淀，其组成可能为亚砷酸铵。放置1小时后，在搅拌下，缓缓加入含有125g氢氧化钠的250mL溶液，此时沉淀逐渐溶解。过滤，滤液于水浴上在80℃下减压浓缩，至形成浆状液体。约有350mL水被蒸出。将浆状液体移至皿内，置于装有浓硫酸的保干器中，在低于0℃下放置24小时，析出细微结晶。抽滤，结晶用40mL乙醇洗涤。再移至保干器中干燥。产品装入深色磨口瓶中保存。产量约42g。

用途 用作分析试剂、杀虫剂、防腐剂。

**安全与贮存** 剧毒。对大鼠腹腔注射MLD10mg/kg。防潮密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 261, 1974.

### · 砷 酸 氢 二 钠

I-1(7)-0052

Sodium hydrogen arsenate

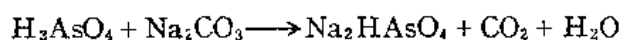
**别名** Disodium hydrogen arsenate, Sodium arsenate, dibasic

**分子式**  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 312.01

**理化性质** 无色结晶。在热空气中风化。相对密度1.87。熔点57℃ (急速加热)。50℃失去5分子水, 100℃成无水盐, 150℃以上变为焦砷酸盐。溶于水和甘油, 微溶于乙醇。水溶液呈碱性。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



向砷酸溶液中加入比计量稍过量的碳酸钠, 加热浓缩, 在温度较高时析出七水合物。冷却至低温时将得到十二水合物。

**用途** 用作分析试剂, 用于钢铁分析。与吗啡、乌头碱、香木瓜朐酶等作用, 产生显色反应。

**安全与贮存** 剧毒。对大鼠腹腔注射MLD50mg/kg (以无水盐计)。密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 (日)日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 507, 1977.

### 铋 酸 钠

I-1(7)-0053

Sodium bismuthate

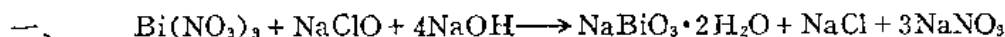
**别名** 偏铋酸钠; Sodium metabismuthate

**分子式**  $\text{NaBiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

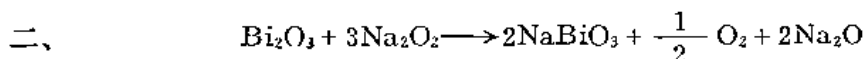
**分子量** 316.00

**理化性质** 黄色或褐色无定形粉末。微有吸潮性, 在空气中逐渐失去氧。不溶于冷水, 在热水中分解为 $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{NaOH}$ 并放出氧。在盐酸中分解放出氧。遇含氧酸分解出氧。

**合成方法**<sup>〔1,2〕</sup>



将20mL相对密度1.4的硝酸注入400mL水中, 加入230g五水合硝酸铋, 搅拌溶解, 过滤。滤液中加1L水, 加30%氢氧化钠溶液(工业), 直至溶液对刚果红指示剂呈中性, 再加110mL 30%氢氧化钠溶液, 加2~4L含活性氯不低于70g/L的次氯酸钠溶液, 加热至95℃并保持1小时。冷却并放置后倾去上层溶液。再用4L水分次洗涤沉淀4~5次, 至溶液澄清十分缓慢为止。抽滤, 沉淀用水洗涤至洗涤液中不含 $\text{Cl}^-$ 为止。于80℃干燥。产量120g。



将干燥的三氧化二铋与重量为其一半的过氧化钠混合, 置于干燥的不含二氧化碳的空气

中加热。开始可较为迅速地升温至350℃,然后缓慢加热至不再产生气体,再加热至600℃。缓缓冷却后,取少量固体加水后不再产生气体,可认为反应完全。将所得固体碎为小块,用水浸洗至碱性去净后,于50℃干燥,得到纯铋酸钠。

**用途** 用作分析试剂,测定钢铁中锰的含量、氧化剂。用于制药工业。

**安全与贮存** 有毒。大鼠口服LD720mg/kg。置阴凉干燥处,远离有机物、易燃物。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 252, 1974.  
[2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(II)", 丸善株式会社, 681, 1977。

## 第八节 碳族及硼族元素的盐类

### 碳 酸 铵

I-1(8)-0001

Ammonium carbonate

**别名** Hartshorn salt

**分子式**  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

**分子量** 114.10

**理化性质** 白色半透明的硬块或粉末。有强烈氨臭。在空气中逐渐分解成碳酸氢铵和氨基甲酸铵。在热水中分解出氨和二氧化碳。溶于水,水溶液呈碱性;不溶于浓氨水和乙醇。

**提纯方法**<sup>[1]</sup> 将工业碳酸铵与浓氨水按4:1(重量)混合放入密闭器中,在20~25℃放置两天。然后倾出溶液并冷却。先沉出半透明的结晶,随即变成光亮的针状结晶。迅速吸滤,于室温下干燥两小时,得成品,迅速密封保存。

在母液中通入氨气至饱和后,再加入一半体积的乙醇,还可制得一些分析纯的产品。

**用途** 用于锶、锂、钍等的点滴分析。用作碳酸盐合成的原料。

**安全与贮存** 置阴凉处,避光保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 45, 1974.

### 碳 酸 氢 铵

I-1(8)-0002

Ammonium hydrogen carbonate

**别名** 重碳酸铵 Ammonium bicarbonate; 阿莫尼亚粉; Ammonium acid carbonate

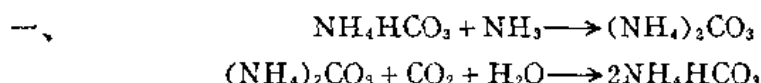
**分子式**  $\text{NH}_4\text{HCO}_3$

**分子量** 79.06

**理化性质** 白色菱形结晶。相对密度1.58。在空气中分解并挥发,温度增高时分解加速。易升华。有氨味。溶于水,水溶液呈强碱性;不溶于乙醇和丙酮。水中溶解度:

|                               |      |      |      |      |      |
|-------------------------------|------|------|------|------|------|
| t, °C                         | 0    | 10   | 20   | 30   | 40   |
| $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ , % | 10.9 | 13.7 | 17.5 | 21.3 | 24.2 |

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在碳酸氢铵中加入适量水后，慢慢通入氨气。加热至40~50℃，不断搅拌至不再溶解为止。加入少量活性炭，于40~50℃保温半小时，溶液的相对密度为1.08。过滤，冷却溶液，通二氧化碳约4小时左右。吸滤结晶，即为成品。



将200g碳酸铵研成粉末后加入200mL水中，加热至50℃使其溶解，将溶液滤入一广口瓶中，用冰冷却。瓶塞上有进气口和出气口。首先由进气口通入氨气2~3小时，直至与出气口相连的洗瓶中开始发生气泡为止。然后改通二氧化碳，随即析出结晶。吸滤出结晶，于室温下干燥。产量约100g。

**用途** 用作分析试剂。用于铵盐合成原料、染料助剂、织物脱脂及食品工业。

**安全与贮存** 密封包装。置阴凉处。

### 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва Издательство «Химия», 46, 1974.

### 碳 酸 钡

I-1(8)-0003

Barium carbonate

分子式  $\text{BaCO}_3$ 

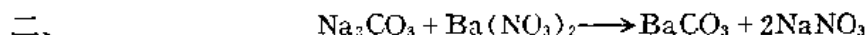
分子量 197.35

**理化性质** 白色微细结晶或白色重质粉末。相对密度4.43。约在1300℃时分解为氧化钡和二氧化碳。难溶于水；微溶于含二氧化碳的水中；溶于稀盐酸、硝酸和乙酸；也溶于氯化铵和硝酸铵溶液。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>



将二氧化碳通入由320g氢氧化钡 $[\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$ 溶于2L水的热溶液中，直到取上层清液加入碳酸钠溶液不再出现沉淀为止。沉出的碳酸钡用布氏漏斗吸滤，洗涤，并于100℃干燥。产量约200g。产品为分析纯。



溶解100g碳酸钠 $(\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ 于500mL水中；加热后，加入1600mL溶有180g硝酸钡的热溶液。加完后应有微量剩余的碳酸钠存在（溶液试样中加入硝酸钡后应微呈混浊）。静置，吸滤出沉淀。用热水洗涤沉淀至无 $\text{NO}_3^-$ 为止（用二苯胺检验）。于100℃下干燥，得碳酸钡。产量几乎为理论量。

**用途** 用作分析试剂、净水剂、杀鼠剂。用于电子工业、仪器仪表、冶金工业、火焰信号弹的配制、陶瓷涂料及光学玻璃的辅料。

**安全与贮存** 有毒。大鼠口服 $\text{LD}_{50} < 400 \text{ mg/kg}$ 。密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 70, 1974.  
(2) 天津化工研究院编:《化工产品手册, 无机化工产品》, 化学工业出版社, 31, 1982.



在100g硝酸钴 $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 的浓溶液中加入35g碳酸氢钠饱和溶液。沉淀反应应在严密塞紧的器皿中进行,防止二氧化碳挥发。吸滤沉淀,洗涤至洗液呈中性。于40℃干燥。产量75g。

**用途** 用作分析试剂。用于钴盐制造及瓷器色料。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 化学工业出版社, 333, 1958。

### 碱式碳酸铜

I-1(8)-0008

Cupric carbonate, basic

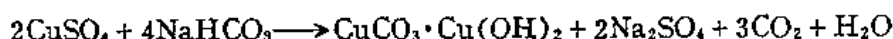
**别名** 盐基性碳酸铜 Copper carbonate hydroxide; Cupric subcarbonate; Bremen blue; Bremen green

**分子式**  $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 221.11 (无水物)

**理化性质** 绿色结晶性粉末。相对密度4.0。加热至200℃时分解。不溶于水; 溶于稀酸、氨水或碱金属的氰化物。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将125g硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )与95g碳酸氢钠混合研细, 将混合物分次少量地加入到1L沸水中并不断搅拌。此时有 $\text{CO}_2$ 放出。加料完毕后煮沸10~15分钟。吸滤沉淀, 用水洗至无 $\text{SO}_4^{2-}$ 为止, 于80~100℃干燥得产品。产量48~50g。

**用途** 用于铜盐制造、油漆颜料、烟火制造。用作杀虫剂、固体荧光粉激活剂。

**安全与贮存** 避光密封贮存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 238, 1974.

### 碳 酸 锂

I-1(8)-0009

Lithium Carbonate

**别名** Camcolit; Candamide; Carbolith; Lithonate

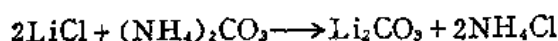
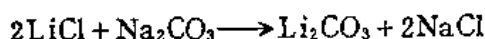
**分子式**  $\text{Li}_2\text{CO}_3$

**分子量** 73.89

**理化性质** 白色轻质粉末, 呈碱性。相对密度2.11。熔点723℃。1310℃时分解为二氧化碳和氧化锂。微溶于水; 溶于稀酸; 不溶于乙醇和丙酮。水中溶解度:

|                              |      |      |      |      |      |      |
|------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                        | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $\text{Li}_2\text{CO}_3$ , % | 1.52 | 1.31 | 1.16 | 1.00 | 0.84 | 0.71 |

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



用1:1的氯化锂热溶液和过量的碳酸钠或碳酸铵的浓溶液,在加热下互相混合,即有碳酸锂析出。用少量热水以倾析法洗涤数次后,吸滤,干燥,得粗品。将所得的粗品在搅拌下溶于冷水,滤去机械杂质及不溶性碳酸盐。加热浓缩滤液,并不时搅拌,以防沉出的碳酸锂粘结在器壁上。沉淀完全后,立即吸滤,并用少量沸水洗涤数次,于110℃下干燥得成品。

**用途** 用作催化剂;用于制药;陶瓷生产及其他锂盐制备。

**安全与贮存** 本品有毒。对大鼠LD<sub>50</sub>3g/kg。密封贮存。

### 参 考 文 献

- [1] Caley Elving; "Inorganic Syntheses" Vol. I, 1, 1939.  
[2] J. W. Mellor; "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. II, Longmans, Green and Co., 725, 1956.

### 碱式碳酸镁

I-1(8)-001

Magnesium carbonate, basic

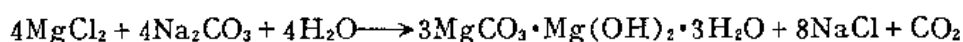
**别名** Magnesium carbonate hydroxide

**分子式** 3MgCO<sub>3</sub>·Mg(OH)<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O

**分子量** 365.30

**理化性质** 白色粉末,体轻而质松。相对密度2.160。化学组成因合成方法及条件不同而略有差异。热至700℃左右分解为氧化镁。几乎不溶于水、乙醇;溶于酸和铵盐溶液。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



将20g氯化镁(MgCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O)溶于100mL水中。再将28g十水合碳酸钠(或11g无水碳酸钠)溶于500mL水中。在搅拌下,将氯化镁溶液加入到碳酸钠溶液中,得到白色沉淀,其组成为 $m\text{MgCO}_3 \cdot n\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (随氯化镁的浓度与沉淀时的温度不同而改变)。煮沸约5分钟以陈化沉淀,于室温放置,用细密的玻璃砂芯漏斗抽滤。沉淀用水洗涤至洗涤液不含Cl<sup>-</sup>为止。室温下自然干燥,以除去大部分附着水,再于50~60℃干燥。产量约8g。

**用途** 用于镁盐制造、橡胶工业、制药工业、陶瓷与玻璃工业。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编:“新实验化学讲座,8,无机化合物の合成(Ⅱ)”,丸善株式会社,593,1977。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 220, 1974.

### 碳 酸 锰

I-1(8)-0011

Manganese carbonate

**别名** 碳酸亚锰 Manganous carbonate

**分子式** MnCO<sub>3</sub>

**分子量** 114.95

**理化性质** 白色或微红色粉末。相对密度3.125。受热分解。在潮湿空气中易被氧化,形成三氧化二锰而使颜色变黑。几乎不溶于水;溶于稀酸;不溶于乙醇和氨水。与水共沸时水解。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>

合成方法<sup>[1]</sup>

将精制好的碳酸氢钾在煅烧炉中焙烧, 保持温度在200℃左右, 即得成品。

**提纯方法** 取 200g 碳酸钾溶于 500mL 水中, 过滤, 将滤液蒸发至体积为 350mL 为止。冷却到65℃, 吸滤出水合物结晶 $\left(\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 1\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}\right)$ 。经干燥, 即得无水碳酸钾。母液可继续蒸发使其结晶。产量约100g。

**用途** 用作分析试剂和助熔剂。用于各种钾盐的制备。

**安全与贮存** 防潮, 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 139, 1974.

## 碳 酸 氢 钾

I-1(8)-0014

Potassium hydrogen carbonate

**别名** 重碳酸钾 Potassium bicarbonate; 酸性碳酸钾 Potassium acid Carbonate;

**分子式**  $\text{KHCO}_3$

**分子量** 100.12

**理化性质** 无色透明结晶。相对密度2.17。100℃开始分解, 失去二氧化碳和水, 形成碳酸钾。易溶于水; 不溶于醇。水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |      |
|---------------------|------|------|------|------|------|
| t, °C               | 0    | 10   | 20   | 45   | 60   |
| $\text{KHCO}_3$ , % | 18.4 | 21.7 | 24.9 | 31.2 | 37.5 |

合成方法<sup>[1]</sup>

向50%的工业碳酸钾溶液中, 通入二氧化碳, 直到取出试液加入镁盐的中性溶液后, 不再发生沉淀为止。此时已有部分碳酸氢钾沉出。将母液置于硫酸干燥器内将再析出部分结晶。所得制品必须进行重结晶。为此, 在70℃下溶解100g 碳酸氢钾于 200mL 水中, 过滤, 缓慢冷却, 吸滤沉出的结晶, 用80%乙醇洗涤后于二氧化碳气流中干燥, 得成品。产量约50g。



向纯氢氧化钾的80%乙醇溶液中通入二氧化碳, 可制得极纯的产品。

**用途** 用作分析试剂。用于制备钾盐。

**安全与贮存** 勿与酸类接触。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 140, 1974.

## 碳 酸 铷

I-1(8)-0015

Rubidium carbonate

**分子式**  $\text{Rb}_2\text{CO}_3$

**分子量** 230.95

**理化性质** 无色易潮解结晶。熔点837℃, 740℃分解。易溶于水; 微溶于无水乙醇。水溶液



呈碱性。

#### 合成方法<sup>[1]</sup>



将硝酸铷与四倍量的草酸结晶混合，置于铂皿中，灼烧，分解后得到碳酸铷。

用途 用作分析试剂。合成铷盐原料。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物之合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，572，1977。

### 碳 酸 银

I-1(8)-0016

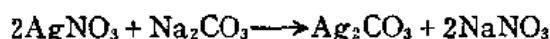
Silver carbonate

分子式  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$

分子量 275.75

理化性质 新鲜制品为微黄色粉末，遇光及干燥时变暗，感光性极强。相对密度  $d^{20}_6$  6.077。于218℃熔融并分解，生成氧化银及二氧化碳，受高温则转化为银。易溶于稀硝酸、氨水或氰化钾溶液；不溶于水及醇。

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



溶解53g碳酸钠于600mL水中，将此溶液在搅拌下加入到2L硝酸银溶液（含 $\text{AgNO}_3$  172g）中（此时 $\text{AgNO}_3$ 微过量）。加完后再搅拌10分钟。过滤出碳酸银，用少量丙酮洗涤，风干，立即贮存于棕色瓶中（注意：整个操作应在暗室中进行）。

用途 用作分析试剂。用于电镀。

安全与贮存 避光，密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] E. C. Horning: "Organic Syntheses", Coll. Vol. IV, 1st ed., University of Missouri, U. S. A., 435, 1955.  
[2] [日]日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物之合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，929，1977。

### 碳 酸 钠

I-1(8)-0017

Sodium carbonate

别名 结晶碳酸钠 Sodium carbonate crystals, 结晶苏打 Sal soda, 洗涤苏打 Washing soda, Nevite, 冰碱

分子式  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

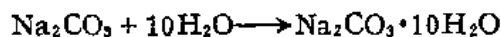
分子量 286.14

理化性质 无色透明结晶。在空气中放置易风化成为粉末状一水合物。相对密度  $d^{15}_4$  1.44。在32.5~34.5℃溶于自身结晶水中。于35.5℃脱水。易溶于水，水溶液呈碱性；不溶于乙醇。水中溶解度：

|                              |      |       |       |       |       |       |
|------------------------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C                        | 0    | 20    | 41.94 | 70    | 80    | 100   |
| $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , % | 6.54 | 17.69 | 32.66 | 31.69 | 31.41 | 31.29 |

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>

一、



将纯的无水碳酸钠溶于5倍重的热水中，过滤。滤液冷却至室温。迅速抽滤析出的结

品。置于密封的瓶中保存。



将500 g 碳酸氢钠置银皿中，于300℃加热3小时。然后加2 L水，于水浴上加热至溶解，冷却，用双层滤纸过滤。滤液用银皿收集，放置2昼夜。小心倾出完全透明的溶液，浓缩至有大片结晶薄膜形成。冷却至30℃，加入碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )晶种，搅拌冷却至10℃，抽滤出结晶，用150 mL冰水洗涤，干燥后可得740 g十水合碳酸钠。

用途 用作分析试剂，微量分析测定锰、铈等。用于制药工业、照相制版。

安全与贮存 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，509，1977。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство《Химия》，275，1974。

### 无水碳酸钠

I-1(8)-0018

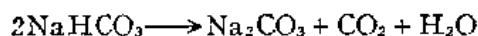
Sodium carbonate, anhydrous

别名 纯碱；碱粉；炭氧；Solvay soda；Soda ash；Soda calcined

分子式  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  分子量 105.99

理化性质 白色粉末。相对密度2.532。熔点851℃。高温时分解出二氧化碳。易溶于水，水溶液呈碱性；不溶于乙醇。在空气中逐渐吸收水分成为一水合物。

合成方法<sup>[1,2]</sup>



取475 g碳酸氢钠于水浴上加热溶于2 L水中，冷却。用双层滤纸仔细过滤。静置滤液两昼夜。小心倾出透明的清液，蒸发至出现结晶膜。冷却至30℃时加入十水合碳酸钠晶种，继续搅拌冷却至10℃时吸滤出结晶。用冰水洗涤，约得740 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 。

将所得十水合碳酸钠放入银皿置于高压釜中，在2~3大气压下通入二氧化碳饱和24小时，吸滤，得碳酸氢钠约375 g。用冰水洗涤后，再置于银皿中，在300℃加热分解至恒重，得无水碳酸钠。产量230 g。

用途 用作分析试剂及洗涤剂。用于影片印洗、制造钠盐、钠玻璃等。

安全与贮存 防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，化学工业出版社，438，1958。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва，Издательство《Химия》，275，1974。

### 碳酸氢钠

I-1(8)-0019

Sodium hydrogen carbonate

别名 重碳酸钠 Sodium bicarbonate；酸式碳酸钠 Sodium acid carbonate；焙碱 Baking soda；重曹；小苏打

分子式  $\text{NaHCO}_3$  分子量 84.01

**理化性质** 白色单斜结晶。相对密度2.159。在热空气中缓慢分解失去部分二氧化碳，加热至270℃失去全部二氧化碳。能溶于水，水溶液呈弱碱性，微溶于乙醇。遇酸则剧烈分解。水中溶解度：

|                        |     |     |      |      |
|------------------------|-----|-----|------|------|
| t, °C                  | 0   | 20  | 40   | 60   |
| NaHCO <sub>3</sub> , % | 6.6 | 8.8 | 11.3 | 13.8 |

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



将15~20%碳酸钠溶液过滤后置于聚乙烯容器内，加热至45~50℃，在激烈搅拌下通入纯二氧化碳。溶液吸收二氧化碳后，pH为9.7时开始析出细小结晶。为防止不纯物共沉淀，应立即停止通入二氧化碳，迅速用滤纸过滤，滤液置于聚乙烯容器中。如上述方法操作，继续通入二氧化碳，至pH为8.7时，将溶液温度降至20℃。析出较纯碳酸氢钠结晶。用玻璃砂芯漏斗抽滤，用少量冷水洗涤。在常温下，置于纯二氧化碳气流中干燥。

二、将碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )溶于80%乙醇中，通入过量二氧化碳，则有碳酸氢钠结晶析出，过滤，用乙醇洗涤，干燥即得成品。

**用途** 用作分析试剂。用于无机合成，医药工业。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] (日)日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，509,1977。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов：“Чистые химические вещества”，Москва, Издательство «Химия》，276, 1974.

### 碳 酸 锶

I-1(8)-0020

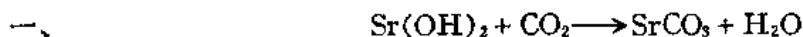
#### Strontium carbonate

**分子式**  $\text{SrCO}_3$

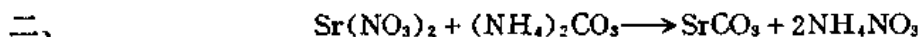
**分子量** 147.63

**理化性质** 白色粉末。相对密度3.70。熔点>1700℃。在1340℃分解成氧化锶和二氧化碳。几乎不溶于水，微溶于含饱和的 $\text{CO}_2$ 的水和铵盐溶液，溶于稀酸并放出 $\text{CO}_2$ 。

#### 合成方法<sup>[1,2,3]</sup>



将氢氧化锶溶于水，过滤除去杂质。在透明的溶液中通入二氧化碳，直至不再析出沉淀。将制得的悬浊液小心加热并保温一段时间，以使溶解的酸式碳酸锶分解并形成大颗粒碳酸锶沉淀，吸滤，于200~250℃干燥，得成品。产率约100%。



将108g(0.5mol)硝酸锶溶于500mL热水中，在搅拌下慢慢加入120g碳酸铵，然后在水浴上加热使生成的沉淀陈化。用细菌漏斗滤出沉淀，用少量水洗至无硝酸根为止，于110℃干燥。得碳酸锶70g，产率95%。

**用途** 用作电子元件材料、光谱分析试剂及烟火材料。用于制备锶盐与制彩虹玻璃。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] H. P. 克留契尼科夫著，申泮文译：《无机合成手册》，高等教育出版社，264,1957。

- 〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 216, 1974.  
 〔3〕〔日〕日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(II)", 丸善株式会社, 623, 1977.

## 碳 酸 铊

I-1(8)-0021

Thallium carbonat

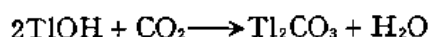
别名 碳酸亚铊 Thallous carbonate

分子式  $\text{Tl}_2\text{CO}_3$ 

分子量 468.76

理化性质 无色重质结晶。相对密度7.11。熔点273℃。溶于水,水溶液呈强碱性;不溶于乙醇、乙醚和丙酮。水中溶解度:

|                              |      |       |       |
|------------------------------|------|-------|-------|
| t, °C                        | 18   | 62    | 100   |
| $\text{Tl}_2\text{CO}_3, \%$ | 4.97 | 11.38 | 21.38 |

合成方法<sup>〔1〕</sup>

向加热的氢氧化亚铊溶液中,通入二氧化碳,直至饱和。将溶液置于水浴上加热浓缩,冷却后析出针状结晶。吸滤,将结晶溶于热水重结晶。于105℃干燥,得成品。

用途 用作分析试剂、光谱分析试剂。用于二硫化碳测定、钻石制造。

安全与贮存 有毒。密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(II)", 丸善株式会社, 659, 1977.

## 无 水 硅 酸 钾

I-1(8)-0022

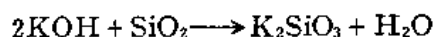
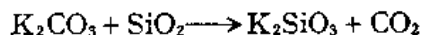
Potassium silicate, anhydrous

别名 偏硅酸钾 Potassium metasilicate; 钾水玻璃 Soluble potash water glass

分子式  $\text{K}_2\text{SiO}_3$ 

分子量 154.28

理化性质 无色或浅黄色玻璃状物。易吸潮。熔点976℃。溶于冷水较慢,易溶于热水,水溶液呈强碱性;不溶于乙醇。遇酸分解而析出硅胶。具有不同的组分:  $\text{K}_2\text{SiO}_3$ 、 $\text{K}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ 或 $\text{K}_2\text{Si}_3\text{O}_7$ 及其水合物。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

将苛性钾(或碳酸钾)的浓溶液与二氧化硅混合,加热,使二氧化硅完全溶解。过滤,将滤液浓缩至干即得成品。

用途 用作粘合剂、去垢剂。用于制造玻璃及耐火材料。

安全与贮存 防潮、密封贮存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 J. W. Mellor; "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. VII, Longmans, Green and Co., 333, 1956.

## 氟硅酸钠

I-1(8)-0023

Sodium fluorosilicate

别名 硅氟化钠 Sodium silicofluoride, Sodium silicofluorate, Sodium hexafluorosilicate

分子式  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  分子量 188.05

理化性质 白色结晶或结晶性粉末。相对密度2.679。红热时熔融并分解。微溶于水，不溶于乙醇。水中溶解度：

|                               |      |      |      |       |       |       |
|-------------------------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$           | 0    | 20   | 35   | 55    | 78    | 100   |
| $\text{Na}_2\text{SiF}_6, \%$ | 4.35 | 7.37 | 9.40 | 13.28 | 18.22 | 24.50 |

合成方法<sup>[1]</sup>

将66g无水碳酸钠溶于200mL水中，慢慢加入280g含硅氟酸90g的水溶液。抽滤析出的沉淀，置于铂皿中，于120℃干燥。产量约115g。

用途 用作分析试剂、防腐剂、杀菌剂。用于搪瓷工业。

安全与贮存 本品有毒，大鼠口服 $\text{LD}_{50}$ 125mg/kg。有腐蚀性。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 260, 1974.

## 硅酸钠

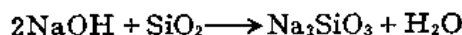
I-1(8)-0024

Sodium silicate

别名 偏硅酸钠 Sodium metasilicate, 水玻璃

分子式  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  分子量 284.20

理化性质 白色或灰白色块状物或粉末。熔点40~80℃。100℃失去6分子结晶水。易溶于水，溶于稀氢氧化钠溶液，不溶于乙醇。

合成方法<sup>[1,2]</sup>

一、取精制硅胶或纯石英砂，按计算需要量加入氢氧化钠溶液。搅拌下加热溶解。溶液浓缩后于30℃左右冷却，结晶。抽滤出结晶，并用乙醇洗涤，干燥，得成品。

二、将31.8g氢氧化钠溶于200mL水中，加入100g组成为30.58%二氧化硅和14.34%氧化钠的水玻璃，然后搅拌，用双层滤纸过滤，滤液应力求完全透明。滤液中加少量硅酸钠( $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ )晶种，放置过夜。抽滤出结晶，用30mL乙醇洗涤。在真空中(300mmHg)不高于30℃下干燥后，贮存于瓶中，瓶塞用石蜡熔封。产量100~115g。

九水合物经加热脱水可得无水物。

用途 用作分析试剂、织物防火剂及粘合剂。

安全与贮存 置阴凉处，密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 513, 1977.

- 〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 259, 1974.

## 氮 化 硼

I-1(8)-0025

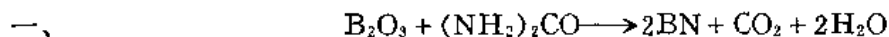
Boron nitride

分子式 BN

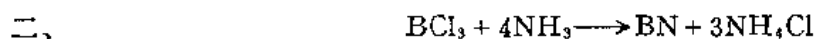
分子量 24.82

**理化性质** 白色结晶性粉末。相对密度2.25。约在3000℃升华。不溶于水,在沸水中缓慢水解生成硼酸和氨。

**合成方法**<sup>〔1〕,2〕</sup>



用1份经熔融并粉碎过的三氧化二硼和1.5~2份尿素混匀,放于瓷坩埚中加热,直至灼烧至发亮。取出生成物,用加入几滴盐酸的水洗涤,然后抽干置烘箱中干燥。由于三氧化二硼在灼烧时挥发,氮化硼产率仅34%。



氨与三氯化硼的混合气体在石英管的前部(600℃)与过量的氨混合,在管的中部温度由500℃逐渐升温至1000℃,反应完毕。在1000℃氨气流中继续加热1小时,按此法可得到纯氮化硼。

**用途** 用于半导体的固相掺杂源、半导体用高温材料、仪器中防中子辐射用的包装材料。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 701, 1962.  
〔2〕 日本化学会编,曹惠民等译:《无机化合物合成手册》,第一卷,化学工业出版社,439,1983。

## 偏 硼 酸 钠

I-1(8)-0026

Sodium metaborate

分子式  $\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 

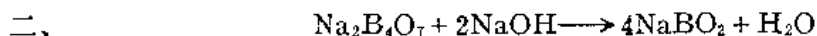
分子量 137.86

**理化性质** 无色或白色结晶。熔点57℃。120℃脱去1分子结晶水。易溶于水,水溶液呈强碱性。不溶于乙醇。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将50g50%完全除去碳酸盐的氢氧化钠溶液与69.6g硼酸置于烧杯中混合,再加85mL水稀释。放置至析出结晶。过滤,用少量冷水浸洗。结晶置素瓷板上干燥。得到四水合偏硼酸钠结晶。如置于有五氧化二磷的真空干燥器中于200℃加热。得到无水偏硼酸钠。



将50%完全除去碳酸盐的氢氧化钠溶液、十水合四硼酸钠与水按重量比42:21:8混合。置于水浴上加热至溶解,然后缓慢冷却,析出四水合偏硼酸钠结晶。欲制备无水物可按上述方法一操作。

**用途** 用作分析试剂及防腐剂。

**安全与贮存** 密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，514，1977。

## 高 硼 酸 钠

I-1(8)-0027

Sodium perborate

别名 过硼酸钠

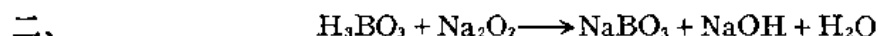
分子式  $\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 153.86

理化性质 白色结晶或粉末。熔点63℃加热至130~150℃失去结晶水，微溶于水（1份高硼酸钠溶于40份水中），水溶液呈碱性，并分解出过氧化氢，溶于甘油。在阴凉干燥处较稳定。遇热或潮湿空气则分解，释放出游离氧。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

将20g四硼酸钠（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）和4g氢氧化钠溶于约20mL水中，加入120mL3%  $\text{H}_2\text{O}_2$ ，在冷处放置。析出结晶。过滤，依次用冷水、乙醇和乙醚洗涤，得高硼酸钠四水合物，产量约15g。



将62g硼酸溶于500mL水中，用冰盐冷却至-8℃。分次少量加入过氧化钠，共78g。反应过程中要防止溶液温度升高到10℃以上。在冷处放置24小时。过滤，沉淀用乙醇洗涤后，置于有氯化钙的干燥器中干燥。产量50~53g。

用途 用作分析试剂、氧化剂。用于防腐、脱臭、杀菌、电镀、印染、织物漂白。

安全与贮存 防潮，置阴凉处，密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 263, 1974.

〔2〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物的合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，515，1977。

## 四 硼 酸 钠

I-1(8)-0028

Sodium tetraborate

别名 硼砂 Borax; 焦性硼酸钠 Sodium pyroborate; 硼酸钠 Sodium borate

分子式  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 381.37

理化性质 无色坚硬结晶或颗粒。在干燥空气中风化。相对密度1.73。熔点75℃。100℃失去5分子结晶水，320℃失去全部结晶水。溶于水，水溶液呈碱性，不溶于醇和酸类。水中溶解度：

|                                       |      |      |      |       |       |       |
|---------------------------------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$                   | 0    | 18   | 40   | 60    | 80    | 100   |
| $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7, \%$ | 1.10 | 2.27 | 6.25 | 15.96 | 23.89 | 34.43 |

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

将120g无水碳酸钠溶于1080mL水中，加入100g硼酸，搅拌溶解。过滤，滤液浓缩至相对密度1.16时，冷却。吸滤出结晶。将其溶于300mL的热水，用滤纸过滤到用冰冷却的瓷皿

中。用玻璃棒不断搅拌溶液，析出十水合物结晶粉末。抽滤，用少量冷水洗涤结晶。再溶于水重结晶，得到的结晶于空气中干燥2~3天。产物为十水合物。

欲制备无水物，可将十水合物置水蒸汽浴上干燥，再加热至200℃，最后在电炉内于700℃脱水熔融，冷却后得到固体玻璃状无水四硼酸钠。

**用途** 用作分析试剂、缓冲剂与防腐剂。

**安全与贮存** 有毒。对大鼠口服（折合硼酸）LD<sub>50</sub>3.3g/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 249, 1974.  
〔2〕 [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(II)", 丸善株式会社, 516, 1977.

## 第九节 过渡元素的盐类

### 铬 酸 铵

I-1(9)-0001

Ammonium chromate

**别名** Neutral ammonium chromate

**分子式** (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>

**分子量** 152.08

**理化性质** 黄色针状结晶。相对密度 $d^{12}$ 1.917。易溶于水，水溶液呈微碱性。在空气中或干燥时失去部分氨而变成重铬酸铵。迅速加热到180℃即分解，同时爆燃。有氧化性。溶于水，微溶于甲醇，不溶于乙醇。水中溶解度：

| t, °C                                                | 0     | 20    | 50    | 75    |
|------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> , % | 20.01 | 25.35 | 34.15 | 41.80 |

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



溶解600g重铬酸铵于1L水中，用15~20%氨水中和至橙色变成黄色，将溶液冷却至5℃，吸滤沉出的结晶，洗涤，在室温下干燥。产率为80%。

**用途** 用作分析试剂、媒染剂。

**安全与贮存** 氧化剂。应于阴凉通风处密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译：《无机化学试剂手册》，中国工业出版社，67, 1964。

### 重 铬 酸 铵

I-1(9)-0002

Ammonium dichromate

**别名** Ammonium bichromate; 氮氢红矾; 红矾铵

**分子式** (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

**分子量** 252.06

**理化性质** 橙红色结晶。相对密度 $d^{25}$ 2.155。热至170℃分解成松散的绿色的三氧化二铬、氮气和氨，同时放热。易溶于水，可溶于乙醇。不溶于丙酮。有强氧化性。水中溶解度：

| t, °C                                                              | 0     | 20    | 40    | 60    | 80    | 100   |
|--------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> , % | 15.37 | 26.23 | 36.91 | 46.24 | 53.49 | 60.89 |



## 钼 酸 铵

I-1(9)-0004

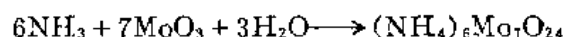
Ammonium molybdate

别名 Ammonium heptamolybdate

分子式  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 1235.86

**理化性质** 无色或略带浅绿色的棱形结晶。相对密度 2.498。90℃时脱水。放置空气中风化,失去一部分氨。加热到190℃时分解生成氨、水和三氧化钼。能溶于水、强酸和强碱中,不溶于乙醇。

**合成方法** <sup>(1,2)</sup>

在瓷皿中放入粉碎的25g三氧化钼(工业品),200mL水及100mL氨水(相对密度0.91),搅拌令其溶解。过滤,用氨水洗涤不溶物。向滤液中加入5mL 2N硫化铵溶液,加热,过滤。蒸发浓缩至相对密度为1.41时,加入相对密度0.91的氨水,不断搅拌直至有浓氨味为止。冷却,吸滤,得分析纯结晶。产率60%。

**提纯方法**

一、将市售钼酸铵溶于氨水中重结晶。

二、市售钼酸铵常含有磷酸根,可加入少量硝酸镁于其溶液中,保持40℃左右,析出磷酸铵沉淀。过滤,将滤液蒸发浓缩,冷却,得到不含磷酸根的纯品。

**用途** 用作测磷酸盐、生物碱、砷酸盐和铅的试剂。也用作色谱分析试剂。用于照相业及陶瓷釉彩。

**安全与贮存** 置阴凉处,密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. 卡尔雅金等著,于忠等译:《无机化学试剂手册》,中国工业出版社,43,1964。  
〔2〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва: Издательство «Химия», 40, 1974.

## 铬 酸 钡

I-1(9)-0005

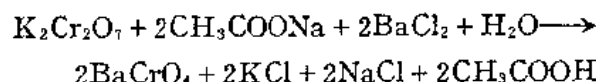
Barium chromate

别名 Baryta yellow; Gelbin; Ultramarine yellow; Lemon chrome

分子式  $\text{BaCrO}_4$ 

分子量 253.33

**理化性质** 黄色结晶性粉末。相对密度 $d^{15}_4$  4.498。不溶于水。

**合成方法** <sup>(1)</sup>

取重铬酸钾125g溶于600~700mL水中,加热至70~80℃。向其中分次加入工业碳酸钠共约60~65g,至溶液对酚酞呈酸性反应为止。过滤,将滤液加热至70~80℃,加入10mL 90%的醋酸后,再加入600~700mL经过过滤的氯化钡热溶液(含 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  250g)至铬酸钡沉淀完全(取少量滤液,加入氯化钡溶液,应无沉淀析出)。加热40~50分钟,吸滤。用热水洗沉淀至无 $\text{Cl}^-$ 为止,于130℃干燥。产量200g,产率95%。

**用途** 用作分析试剂,用于硫酸盐、硒酸盐的测定。

**安全与贮存** 有毒, 毒性类似不溶性的铬盐及钡盐。氧化剂, 遇还原性物质强烈反应。避免与皮肤接触。应远离火源及易燃或易氧化的物质。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 73, 1974.

### 钛 酸 钡

I-1(9)-0006

Barium titanate

**别名** 偏钛酸钡 Barium metatitanate

**分子式** BaTiO<sub>3</sub>

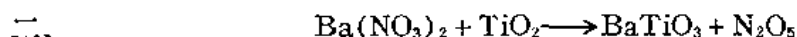
**分子量** 233.24

**理化性质** 有多种晶型, 最常见的是四方晶型晶体。相对密度6.017/四方晶系晶体, 5.806/六方晶系晶体。熔点 1625℃ (四方晶系晶体)。能溶于浓硫酸和氢氟酸; 不溶于水和碱溶液。具有很大的介电常数。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



将23.6g(0.1mol) 碳酸钡和9.0g(0.12mol) 二氧化钛, 装入50mL铂坩锅内, 再用66g无水氟化钾覆盖。开始时不加盖, 慢慢加热使物料熔融。然后将盖盖严, 加热到1160℃, 保温12小时后, 再以每小时25℃的速率降温, 使坩锅冷却至900℃, 加入助熔剂, 然后慢慢冷却至室温。将坩锅内物料浸于热水中, 取出, 制得四方晶体。



将等摩尔的硝酸钡和二氧化钛混合均匀, 在500~600℃下, 慢慢加热3小时, 此时反应率约为80~90%。将物料粉碎后, 再次加热至1000℃。得到纯度较高的钛酸钡粉末。

**用途** 结晶体用于计算机元件。电子装置等。

**安全与贮存** 有毒。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] 日本化学会编, 曹惠民等译: 《无机化合物合成手册》, 第一卷, 化学工业出版社, 328, 1983。  
[2] [日]日本化学会编: “实验化学讲座, 9, 无机化合物之合成と精制”, 丸善株式会社, 262, 1953。

### 铬 酸 铅

I-1(9)-0007

Lead chromate

**别名** 铬黄 Chrome yellow; Cologne yellow; King's yellow; Paris yellow; Leipzig yellow; Lead chromate precipitated

**分子式** PbCrO<sub>4</sub>

**分子量** 323.18

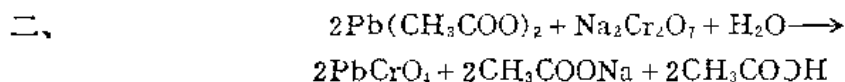
**理化性质** 黄色或桔红色粉末。相对密度 $d^{15}_4$ 6.123。熔点 844℃。冷后凝为深棕色物质。温度再高则分解并放氧。不溶于乙酸和水; 溶于稀硝酸和苛性碱。遇硫化氢即生成黑色硫化铅。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



分别溶解硝酸铅与三氧化铬, 溶液的相对密度均约为1.10, 并过滤。在硝酸铅溶液中加入

入少量10%的硝酸。煮沸，在搅拌下慢慢加入三氧化铬溶液。并始终保持沸腾。铬酸铅随即析出。静置，弃去上层清液。用热水以倾析法洗涤沉淀至 $\text{NO}_3^-$ 合格。吸滤，干燥，得成品。



取三水合醋酸铅75~80g，溶于450mL热水中。如呈浑浊，加入1~2mL醋酸。过滤，滤液于35~40℃下加入450mL含有工业重铬酸钠35g的溶液。充分搅拌后静置。吸滤出铬酸铅沉淀，并用水洗涤，至取少量滤液于表皿上蒸干后无残留物为止。尽量吸干沉淀，于100~110℃下干燥，并随时压碎，最后研细。产量63~65g，产率95~97%。

**用途** 用作分析试剂。油漆颜料。

**安全与贮存** 本品有毒，兼有铅和铬化合物的毒性。须防止粉尘飞扬。远离食品。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов; "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 325, 1974.

### 氯 金 酸 钾

I-1(9)-0008

Potassium chloraurate

**别名** 氯化金钾 Potassium aurichloride

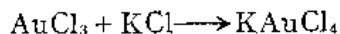
**分子式**  $\text{K}[\text{AuCl}_4]$

**分子量** 377.88

**理化性质** 黄色结晶。相对密度3.75。熔点375℃（分解）。溶于水、乙醇和乙醚。水中溶解度：

|                               |      |      |      |      |      |      |
|-------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                         | 10   | 20   | 30   | 40   | 50   | 60   |
| $\text{K}[\text{AuCl}_4], \%$ | 27.7 | 38.2 | 48.7 | 59.2 | 70.0 | 80.2 |

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在含有浓盐酸的三氯化金或氯金酸的水溶液中，加入计量的氯化钾浓溶液。然后减压蒸发或置于有浓硫酸的干燥器中干燥，析出结晶，得成品。

**用途** 用于铷和铯的测定及制药工业。用作玻璃和瓷器着色剂。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer; "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 920, 1962.

### 氯 钯 酸 钾

I-1(9)-0009

Potassium chloropalladate

**别名** 六氯钯酸钾 Potassium hexachloropalladate

**分子式**  $\text{K}_2(\text{PdCl}_6)$

**分子量** 397.32

**理化性质** 红色或红棕色结晶。相对密度2.738，遇水分解。溶于稀盐酸，不溶于乙醇。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将二氯化钯溶于水,加入过量氯化钾,通入氯气,这时亮红色六氯钯酸钾 ( $\text{K}_2\text{PdCl}_6$ )析出。迅速抽干,先用含氯化钾的水洗涤,再用乙醇洗涤。干燥,得成品。

**用途** 用作分析试剂。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1379, 1962.

### 氯 铂 酸 钾

I-1(9)-0010

Potassium chloroplatinate

**别名** 六氯铂酸钾 Potass hexachloroplatinate

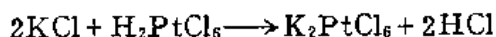
**分子式**  $\text{K}_2[\text{PtCl}_6]$

**分子量** 486.00

**理化性质** 橙黄色结晶或粉末。相对密度 $d_4^{25}$  3.499。熔点 $250^\circ\text{C}$  (分解)。微溶于冷水;溶于热水;几乎不溶于乙醇、乙醚。水中溶解度:

|                                 |        |        |       |       |       |       |
|---------------------------------|--------|--------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$             | 0      | 20     | 40    | 60    | 80    | 100   |
| $\text{K}_2[\text{PtCl}_6], \%$ | 0.4761 | 0.7682 | 1.336 | 2.385 | 3.578 | 4.789 |

**合成方法**<sup>[1]</sup>



取氯化钾和氯铂酸 ( $\text{H}_2\text{PtCl}_6$ ) 按固体组分3:1配料,分别溶于水配制成浓溶液。将氯化钾溶液加入到氯铂酸溶液中,即析出氯铂酸钾沉淀,吸干,干燥,得成品。

**用途** 用作分析试剂、催化剂。用于电镀、照相业。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1366, 1962.

### 氯 铑 酸 钾

I-1(9)-0011

Potassium chlororhodate

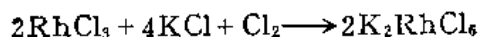
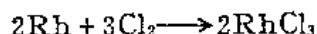
**别名** 六氯化铑钾; 六氯铑酸钾 Potassium hexachlororhodate

**分子式**  $\text{K}_2[\text{RhCl}_6] \cdot \text{H}_2\text{O}$

**分子量** 450.93

**理化性质** 紫红色结晶。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将铑粉尽可能研细,于 $400^\circ\text{C}$ 通入氯气。先制得三氯化铑。

取1份三氯化铑和3份氯化钾(重量)混合均匀。在氯气流中加热至 $300^\circ\text{C}$ ,再将反应物蒸发浓缩得到五氯铑酸钾 $\text{K}_2[\text{RhCl}_5(\text{H}_2\text{O})]$ 的初始结晶,将此盐溶于氯化钾饱和溶液中,再蒸发浓缩、冷却结晶。析出一水合六氯铑酸钾暗红色晶体。过滤、干燥、得成品。

用途 用作分析试剂。

安全与贮存 密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 G. Brauer: "Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie", II Band, 2 umgearbeitete Auflage, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1982, 1962.

### 铬 酸 钾

I-1(9)-0012

Potassium chromate

别名 Neutral Potassium chromate; Potassium chromate yellow

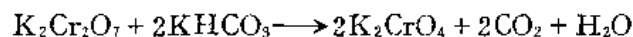
分子式  $K_2CrO_4$

分子量 194.20

理化性质 柠檬黄色结晶, 相对密度 $d_{18}^{25}$ 2.732。熔点 $968.3^{\circ}C$ , 溶于水; 不溶于乙醇。水溶液对石蕊或酚酞呈碱性, 有氧化性。水中溶解度:

|                  |      |      |      |      |      |      |
|------------------|------|------|------|------|------|------|
| $t, ^{\circ}C$   | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $K_2Cr_2O_4, \%$ | 36.8 | 38.2 | 39.5 | 40.7 | 41.9 | 43.0 |

合成方法<sup>〔1〕</sup>



将400 g工业重铬酸钾溶于1 L热水中。分次少量加入275~280 g碳酸氢钾。当反应快达终点时, 用试剂氢氧化钾中和溶液至对酚酞呈弱碱性反应。过滤, 将滤液蒸发至出现结晶膜。冷却, 分出沉下的结晶。母液经双层滤纸过滤, 滤液蒸发至原来体积的1/4 (蒸发时应不断搅拌)。冷却, 吸滤结晶, 于 $40\sim 80^{\circ}C$ 干燥, 得成品。

用途 用作分析试剂、光谱分析、氧化剂、媒染剂和金属防锈剂。用于制药工业。

安全与贮存 有毒。对兔皮下注射LD<sub>50</sub>12mg/kg。应密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 146, 1974.

### 重 铬 酸 钾

I-1(9)-0013

Potassium dichromate

别名 红矾钾; Potassium Chromate red; Potassium bichromate

分子式  $K_2Cr_2O_7$

分子量 294.19

理化性质 橙红色有光泽单斜或三方晶系结晶。相对密度 $d_{25}^{25}$ 2.676。 $214.6^{\circ}C$ 由三方晶系转为单斜晶系。熔点 $398^{\circ}C$ 。 $500^{\circ}C$ 分解。溶于水, 水溶液呈酸性, 不溶于乙醇。有强氧化性。水中溶解度:

|                  |     |      |      |      |      |      |
|------------------|-----|------|------|------|------|------|
| $t, ^{\circ}C$   | 0   | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| $K_2Cr_2O_7, \%$ | 4.8 | 10.7 | 21.2 | 31.9 | 41.2 | 49.2 |

提纯方法<sup>〔1〕</sup> 将100 g工业重铬酸钾溶于1 L热水中。过滤, 蒸发滤液至原体积的1/7时, 冷却并快速搅拌以制得尽可能小的结晶, 用冷水洗涤2~3次后, 再重结晶2~3次。于 $100\sim 105^{\circ}C$ 下干燥2~3小时, 在通风下研细后再于 $200^{\circ}C$ 干燥10~12小时, 得成品。

用途 用于鞣制皮革、绘画颜料、搪瓷工业着色、制造火柴、媒染剂、有机合成, 用作氧化

剂。

**安全与贮存** 本品剧毒。强氧化剂。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 126, 1974.

### 高 锰 酸 钾

I-1(9)-0014

Potassium permanganate

**别名** 过锰酸钾, 灰锰氧, Chameleon mineral

**分子式**  $\text{KMnO}_4$

**分子量** 158.04

**理化性质** 暗紫色有光泽结晶。相对密度2.703。在空气中稳定。在240℃分解。易溶于碱液; 溶于水。遇还原剂易褪色。遇浓酸即分解放出游离氧。遇盐酸放出氯气。水中溶解度:

|                     |      |      |      |      |       |       |
|---------------------|------|------|------|------|-------|-------|
| t, °C               | 0    | 10   | 15   | 25   | 40    | 50    |
| $\text{KMnO}_4$ , % | 2.83 | 4.01 | 4.95 | 7.00 | 11.09 | 14.35 |

**提纯方法**<sup>[1]</sup> 将250g高锰酸钾溶于800ml热水中。过滤, 滤液在不断搅拌下冷却。吸滤出结晶, 在80~100℃干燥。母液可循环使用。

**用途** 用作分析试剂、氧化剂、杀菌剂。用于有机合成和漂白纤维等。

**安全与贮存** 本品为强氧化剂。对小鼠皮下注射MLD500mg/kg。应避光密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 133, 1974.

### 高 铼 酸 钾

I-1(9)-0015

Potassium perrhenate

**别名** 过铼酸钾

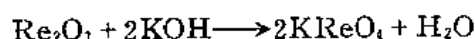
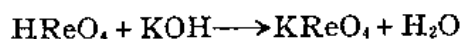
**分子式**  $\text{KReO}_4$

**分子量** 289.30

**理化性质** 白色结晶。相对密度4.887。熔点550℃。沸点1360~1370℃。溶于水; 微溶于乙醇。水中溶解度:

|                     |       |      |      |      |       |
|---------------------|-------|------|------|------|-------|
| t, °C               | -0.06 | 25   | 50   | 75   | 99    |
| $\text{KReO}_4$ , % | 0.34  | 1.19 | 3.19 | 6.95 | 12.20 |

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



取500g高铼酸或七氧化二铼, 溶于500mL水中。过滤, 煮沸滤液, 在不断搅拌下用5%氢氧化钾中和(中性红为指示剂)即有大量白色结晶析出。冷却, 吸滤出结晶, 干燥, 得成品。母液可作下一批合成时溶解高铼酸(或七氧化二铼)用, 或集中浓缩处理。

**用途** 用于制备纯铼等。

**安全与贮存** 密封保存。

**用途** 用作分析试剂。用于生物碱的测定、染料和制药工业。

**安全与贮存** 有毒。对兔腹腔注射MLD290mg/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成(Ⅱ)”，丸善株式会社，849，1977。

### 钒 酸 钠

I-(9)-0018

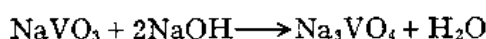
Sodium vanadate

**分子式**  $\text{Na}_3\text{VO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 400.08

**理化性质** 无色针状结晶。易风化。无水物熔点866℃。溶于水，水溶液呈碱性；不溶于乙醇。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将50g偏钒酸钠( $\text{NaVO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于200mL水，加入65mL相对密度为1.52~1.53的氢氧化钠溶液，逐渐析出钒酸钠沉淀。放置25~30分钟后，抽滤，用饱和钒酸钠溶液洗涤沉淀3~4次，再每次用10mL乙醇洗涤2~3次。结晶于40~50℃干燥至无乙醇气味。产量约120g。

**用途** 用于制药工业、植物接种、照相业、墨水制造及印染。

**安全与贮存** 有毒，对大鼠腹腔注射LD<sub>50</sub>4~5mgV/kg。密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 266, 1974.

### 偏 钒 酸 钠

I-1(9)-0019

Sodium metavanadate

**分子式**  $\text{NaVO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 157.96

**理化性质** 白色结晶或浅黄色粉末。相对密度2.79。易溶于水；不溶于乙醇。水中溶解度：

|                       |       |       |       |       |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C                 | 25    | 40    | 60    | 75    |
| NaVO <sub>3</sub> , % | 17.42 | 20.78 | 24.79 | 27.98 |

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



将120g碳酸钠溶于1L水中，在搅拌下，分次少量加入250g偏钒酸铵。加热至沸，保持2~2.5小时，至赶尽氨气为止（取少量液体试样，加氢氧化钠，煮沸至没有氨味，可认为氨已赶尽）。加水使溶液相对密度保持在1.25~1.28（在50~60℃时）。趁热过滤，滤液置于水浴上在70~80℃下浓缩至相对密度1.35~1.38（50~60℃），冷却至20~25℃。抽滤析出的细小结晶，每次用50mL冷水洗涤3~4次。再每次用40~50mL乙醇洗涤2次。于40~50℃干燥至无乙醇气味。产量210g。

**用途** 用作分析试剂及媒染剂。用于照相业和制药工业。

**安全与贮存** 有毒，对鼠类LD<sub>50</sub>4.5mgV/kg。密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 35, 1964。  
 〔2〕 (日)日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 996, 1977。

## 乙 酸 钡

I-1(10)-0004

Barium acetate

别名 醋酸钡

分子式  $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 309.46

理化性质 白色结晶。易风化。在25~44℃时结晶之乙酸钡含有一分子结晶水; 高于44℃则结晶出无水物。易溶于水; 微溶于乙醇。水中溶解度。

|                                          |      |      |      |      |      |
|------------------------------------------|------|------|------|------|------|
| t, °C                                    | 0.3  | 21.6 | 40.6 | 63.0 | 99.2 |
| $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ , % | 37.0 | 42.1 | 44.1 | 42.7 | 42.8 |

合成方法<sup>〔1〕</sup>

在125mL 16%乙酸的热溶液中逐步加入结晶氢氧化钡 $[\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$ , 直到溶液对溴酚蓝呈中性反应(黄绿色)时为止。氢氧化钡的消耗量约为55~58g。然后加入2~3g活性炭, 煮沸数分钟。趁热过滤, 在滤液中加入2~3滴乙酸, 蒸发至相对密度为1.39, 冷却至20℃时, 加入100mL乙醇并充分搅拌后静置10~12小时。吸滤出结晶, 置于室温下干燥一昼夜至乙醇味消失为止。产量27~30g。

用途 用作分析试剂、媒染剂。用于医药工业。

安全与贮存 有毒。对鼠静脉注射 $\text{LD}_{50} 231.31\text{mgBa/kg}$ 。密封保存。

## 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 71, 1974。

## 乙 酸 镉

I-1(10)-0005

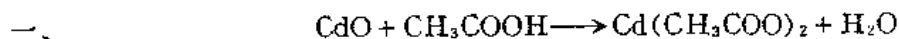
Cadmium acetate

别名 醋酸镉

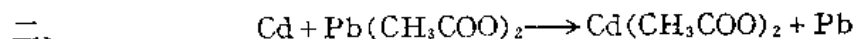
分子式  $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 266.54

理化性质 通常以二水合物 $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 形式存在。在130℃时失去结晶水成为无水物。其相对密度2.341/无水物; 2.01/二水合物。熔点256℃/无水物, 130℃脱水/二水物。有乙酸臭味, 易溶于水 and 乙醇。在湿空气中易潮解。

合成方法<sup>〔1,2〕</sup>

将85mL 30%乙酸加热到60~70℃, 分次加入29g氧化镉, 充分搅拌。待全溶后, 加热30~40分钟。用致密滤纸过滤, 滤液于70~80℃蒸发至相对密度为1.61~1.62。搅拌后放置过夜。吸滤析出的结晶, 用少量冷水洗涤, 结晶在滤纸上于室温干燥。产量42~55g, 产率70~90%。





取70g三水合乙酸铅，溶于400mL水中。过滤后加入6mL冰乙酸及30g金属铜，搅拌并加热至30~40℃，反应完毕停止加热（反应终点检验可取5mL溶液，加5mL相对密度为1.11的硫酸，在10分钟内不呈现混浊或产生沉淀，可认为反应完全）。过滤，将滤液蒸发至粘稠。按方法一进行结晶。产量约45g，产率约90%。



取5g四水合硝酸镉，加入25mL冰乙酸，混合，加热。激烈反应结束后，回流15分钟。冷却，用吸滤法过滤。沉淀用少量无水乙酸洗涤，再用乙醇洗涤后，置于真空干燥器中，用氢氧化钠或硫酸干燥。产量3.6g。

**用途** 用作分析试剂。用于测定钢铁中硫、硒、碲等。也用于陶瓷工业。

**安全与贮存** 属中等毒类。人体急性中毒主要损害肺部，肾脏。密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 118, 1974.  
[2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(II)", 丸善株式会社, 986, 1977。

### 乙 酸 钙

I-1(10)-0006

Calcium acetate

**别名** 醋酸钙

**分子式**  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

**分子量** 176.19

**理化性质** 无色针状结晶或结晶性粉末。微有乙酸味。溶于水，微溶于乙醇。加热分解。

**水中溶解度:**

|                                                                   |       |       |       |       |       |       |
|-------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C                                                             | 0     | 20    | 40    | 60    | 80    | 100   |
| $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}, \%$ | 57.40 | 44.73 | 33.22 | 32.70 | 33.50 | 29.65 |

**合成方法**<sup>(1)</sup>



将精制的碳酸钙加到210mL20%乙酸中，直到不再逸出二氧化碳后，再加少量碳酸钙，加热至80℃，放置2~3小时后过滤。滤液在水浴上浓缩，并随时加入少量80%乙酸（共加1~2mL），即析出乙酸钙的一水合物。（注意，溶液冷却时析出的结晶为二水合物）。于60~70℃干燥，产量40g，产率53%。

**用途** 用作分析试剂。用于乙酸盐的合成及制药工业。

**安全与贮存** 置于阴凉处密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 153, 1974.

### 无 水 乙 酸 钙

I-1(10)-0007

Calcium acetate, anhydrous

**别名** 无水醋酸钙

**分子式**  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$

**分子量** 158.17

**理化性质** 无色结晶。溶于水；微溶于醇。受热分解为碳酸和丙酮。水中溶解度：

|                                          |      |      |      |      |      |
|------------------------------------------|------|------|------|------|------|
| t, °C                                    | 0    | 20   | 40   | 60   | 100  |
| Ca(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> , % | 27.2 | 25.8 | 24.9 | 24.6 | 22.9 |

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



将100g精制的粉状的碳酸钙，加到500~700mL水中，搅拌成悬浮液，分次少量加入110mL冰乙酸。反应结束后，将滤液在水浴上浓缩。从粘稠状滤液中析出白色固体即无水乙酸钙。

**用途** 用作分析试剂。用于制乙酸、丙酮和乙酸盐。印染及制药工业。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 282, 1964.  
[2] [日]日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(II)", 丸善株式会社, 968, 1977.

## 乙 酸 钴

I-1(10)-0008

Cobaltous acetate

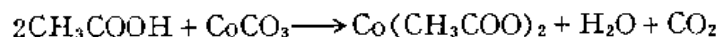
**别名** 醋酸钴Cobalt acetate; 醋酸亚钴; Bis(acetate)tetraquacobalt

**分子式** Co(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O

分子量 249.08

**理化性质** 深红色结晶。有潮解性。相对密度 $d^{20}_4$ 1.705。易溶于水、酸及乙醇。140℃时失去全部结晶水。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



将215g50%的乙酸溶于200mL中，加热，逐渐加入190g碳酸钴(CoCO<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O)。加完后，其终点应对刚果红指示剂呈弱酸性反应。然后过滤，冷却，吸滤出结晶，即为成品。

母液可继续蒸发到开始出结晶，冷却，析出结晶，过滤，还可以得第二次成品。

**用途** 用作分析试剂、催化剂。用于快干漆。

**安全与贮存** 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著，于忠等译:《无机化学试剂手册》，化学工业出版社，406, 1964。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 213, 1974.

## 乙 酸 铜

I-1(10)-0009

Cupric acetate

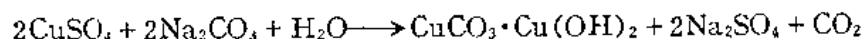
**别名** 醋酸铜

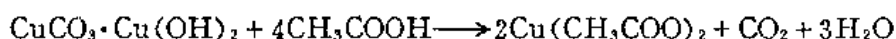
**分子式** Cu(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O

分子量 199.65

**理化性质** 暗绿色结晶或结晶性粉末。相对密度1.882。熔点115℃，分解点240℃。溶于水及乙醇；微溶于乙醚及甘油。

**合成方法**<sup>[1]</sup>





溶解50g五水合硫酸铜于500mL水中, 过滤。另取57g十水合碳酸钠溶于240mL水。热至60℃, 将硫酸铜溶液慢慢注入其中, 并不断搅拌。静置。吸滤沉淀。以热水洗涤至无 $\text{SO}_4^{2-}$ 为止。

将沉淀置于300mL水中, 加入2mL氨水搅拌, 静置。倾析出上层溶液, 再用氨水及纯水洗涤沉淀数次。

在烧杯中加入180mL水, 热至60℃, 加入22g冰乙酸, 然后加入上述洗好的碱式碳酸铜, 直至容器底部略有剩余。过滤, 蒸发滤液至原体积1/3时, 冷却。吸滤结晶, 用2mL水洗涤, 于室温下干燥, 得成品。母液继续蒸发, 并在快出结晶时加入5mL25%乙酸, 可再得部分结晶。产量32~35g。

**用途** 用作制备巴黎绿的中间体及有机合成用催化剂。

**安全与贮存** 有毒, 密封贮存。

## 参 考 文 献

- [1] IO. B. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 化学工业出版社, 459, 1964。

## 乙 酸 铅

I-1(10)-0010

Lead acetate

**别名** 醋酸铅; 铅糖Sugar of lead; Salt of saturn; Normal lead acetate; Neutral lead acetate

**分子式**  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 379.33

**理化性质** 白色单斜结晶。相对密度2.55。迅速加热至75℃熔融。在空气中迅速风化, 并吸收二氧化碳在表面上形成碱式碳酸盐。继续加热变为白色粉末。微具乙酸味。易溶于水及甘油; 溶于乙醇; 不溶于乙醚。水中溶解度:

| t, °C                                                              | 0     | 10    | 20    | 30    | 40    | 50   |
|--------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|------|
| $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}, \%$ | 16.45 | 22.65 | 30.68 | 41.02 | 53.79 | 67.6 |

**合成方法**<sup>(1)</sup>



将氧化铅溶于50%的热乙酸中直到饱和。过滤, 向滤液中加入少许乙酸后, 蒸发至相对密度为1.40。冷却, 分离出结晶, 干燥, 得成品。

**提纯方法**

一、在加热下将100g工业乙酸铅溶于100mL1%乙酸的热溶液中, 冷却, 即析出乙酸铅结晶。将母液蒸发至原体积之一半, 再获得一批结晶。

二、将100g三水合乙酸铅溶于200mL水中, 在通风橱内通入硫化氢气, 使沉出少许硫化铅, 以共沉其他杂质。过滤。在滤液中注入0.01g荧光镉试剂(Co、Al、Cu等的络合剂)。静置一小时后加入0.5g活性炭, 过滤, 再加入0.5gEDTA钠盐, 并用醋酸将溶液的pH调到4。蒸发至体积为100~120mL。冷却, 吸滤出结晶, 用水洗涤后干燥。所得产品极纯。其中Fe、Ag、Al、Cu、Co、Sb、As、Ni、Bi等杂质的含量均不大于 $1 \times 10^{-5}\%$ 。

**用途** 用作分析试剂, 如三氧化铬和三氧化钨的测定。用于生物染色、有机合成和制药工业。

**安全与贮存** 有毒, 防止吸入粉尘。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 323, 1974.

## 乙 酸 锂

I-1(10)-0011

Lithium acetate

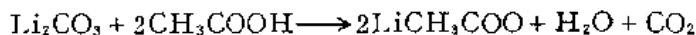
别名 醋酸锂; Quilonum

分子式  $\text{CH}_3\text{COOLi} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 102.02

理化性质 白色结晶性粉末, 味咸。有潮解性。熔点 $70^\circ\text{C}$ 。易溶于水和乙醇, 水溶液呈中性。水中溶解度:

|                                                         |       |       |       |       |
|---------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$                                     | 0     | 25.8  | 50.5  | 102.8 |
| $\text{CH}_3\text{COOLi} \cdot 2\text{H}_2\text{O}, \%$ | 23.76 | 31.28 | 49.55 | 66.73 |

合成方法<sup>[1]</sup>

取 740g 碳酸锂, 加水 1000mL。在加热和不断搅拌下, 慢慢加入 98% 乙酸约 1200g。此时有大量二氧化碳生成, 加酸速度应适宜, 防止溶液溢出。至几乎无二氧化碳逸出时, 再加乙酸 50~100mL。煮沸 20 分钟。过滤。蒸发滤液至饱和状态后冷至室温, 吸滤结晶, 于低温下干燥。产品可用重结晶法提纯。

用途 用于饱和及不饱和脂肪酸的分离和医药工业。

安全与贮存 本品低毒, 对鼠类  $\text{LD}_{50} 4\text{g/kg}$ 。防潮密封贮存。

## 参 考 文 献

- [1] Hans Schmidt; *Z. Anorg. allg. Chem.*, 270, 188, 1952.

## 乙 酸 镁

I-1(10)-0012

Magnesium acetate

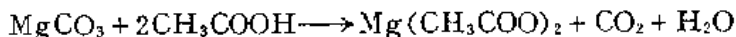
别名 醋酸镁; Cromosan

分子式  $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 214.45

理化性质 无色结晶。易潮解。相对密度 1.454。熔点约  $80^\circ\text{C}$ 。在硫酸干燥器中风化。 $100^\circ\text{C}$  脱水。易溶于水, 水溶液呈中性或弱酸性; 溶于乙醇。水中溶解度:

|                                          |       |       |       |       |       |
|------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$                      | 0.1   | 24.9  | 45.0  | 55.0  | 65.0  |
| $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2, \%$ | 36.20 | 39.61 | 44.76 | 49.46 | 66.40 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将 90mL 80% 乙酸注入 180mL 水中, 加热至  $60 \sim 80^\circ\text{C}$ , 分次少量加入约 60g 碳酸镁, 直至二氧化碳不再逸出为止。将溶液置于水浴上加热 15~20 分钟, 趁热过滤。于滤液中加入 3mL 乙酸, 加热浓缩至热溶液相对密度为 1.25~1.26 时, 冷却。抽滤析出的结晶, 产量约 100g。

用途 用于制备乙酸铈镁、测定铈。

安全与贮存 剧毒。对鼠静脉注射  $\text{LD}_{50} 18\text{mg/kg}$ 。防潮密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 221, 1974.  
 (2) [日] 日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 968, 1977.

## 无 水 乙 酸 镁

I-1(10)-0013

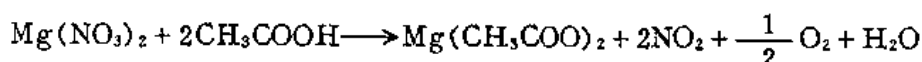
Magnesium acetate, anhydrous

别名 无水醋酸镁

分子式  $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 

分子量 142.39

理化性质 无色粉末。易潮解。相对密度1.42。在323℃熔融同时分解。极易溶于水, 溶于甲醇。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将5g硝酸镁与35mL无水乙醇共同加热, 反应终止后, 溶液再煮沸20分钟。长时间放置后, 析出无水乙酸镁。抽滤, 用少量无水乙醇洗涤, 再用乙醚洗涤, 在真空干燥箱中, 于60℃干燥。结晶中含有游离的乙酸, 应长时间干燥直至恒重。

将四水合乙酸镁于134℃下加热至恒重, 可得无水乙酸镁。

用途 用作分析试剂。

安全与贮存 剧毒。对小鼠i. v.  $\text{LD}_{50}$  18mg/kg。防潮密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 221, 1974.  
 (2) [日] 日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 968, 1977.

## 乙 酸 锰

I-1(10)-0014

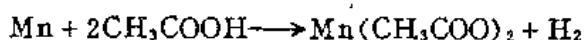
Manganous acetate

别名 醋酸亚锰; 醋酸锰 Manganese acetate

分子式  $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 245.09

理化性质 浅红色透明柱状结晶, 相对密度1.589。溶于水和乙醇。

合成方法<sup>(1)</sup>

在100g金属锰中加入200mL水, 慢慢加入(防止反应物溢出) 冰乙酸200g。加热保温至溶液的pH值为8。加入少量过氧化氢, 静置。过滤, 除去铁、铝等杂质。将溶液蒸发浓缩至相对密度为1.3 (在蒸发过程中应补加少量乙酸), 冷却析出结晶, 得成品。欲得更纯的产品, 可用水重结晶, 对除去杂质铁有明显效果。

用途 用作媒染剂、油漆和颜料固化剂及分析试剂。

安全与贮存 密闭保存。

## 参 考 文 献

- [1] J. W. Mellor: "A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Vol. XII, Longmans, Green and Co., 189, 1934.

## 乙 酸 汞

I-1(10)-0015

Mercuric acetate

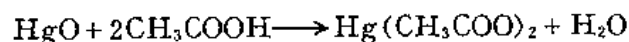
别名 醋酸汞; 乙酸高汞 Mercury acetate

分子式  $\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 

分子量 318.59

理化性质 白色结晶或粉末。有乙酸气味。相对密度3.27。受热分解。溶于水和乙醇。见光分解。水中溶解度:

|                                          |      |      |      |
|------------------------------------------|------|------|------|
| t, °C                                    | 0    | 19   | 100  |
| $\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ , % | 20.0 | 26.2 | 50.0 |

合成方法<sup>(1,2)</sup>

将300mL30%乙酸加热后,逐渐加入110g黄色氧化汞。溶解后趁热过滤。于暗处浓缩滤液至有结晶薄膜生成。冷却,抽滤出结晶。母液蒸发至相对密度为1.45时析出部分结晶。产量100g。

用途 用作分析试剂、有机合成催化剂。用于医药工业。

安全与贮存 剧毒品,慎勿与人体直接接触。避光,密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 313, 1974.  
[2] 日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(II)", 丸善株式会社, 987, 1977.

## 乙 酸 镍

I-1(10)-0016

Nickel acetate

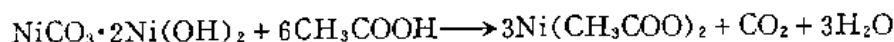
别名 醋酸镍

分子式  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 248.86

理化性质 绿色结晶或结晶性粉末。有乙酸气味。相对密度1.744。溶于水及乙醇。水中溶解度:

|                                                        |       |       |       |       |       |
|--------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C                                                  | 2     | 20    | 36    | 50    | 72    |
| $\text{Ni}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , % | 19.81 | 18.21 | 21.19 | 23.81 | 36.69 |

合成方法<sup>(1)</sup>

将碱式碳酸镍溶于过量的稀乙酸溶液中,过滤。蒸发,冷却析出结晶,抽干后将结晶于70°C干燥,即得成品。

用途 用作织物媒染剂。用于电镀业。

安全与贮存 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Cmelin: "Handbuch der Anorganischen Chemie", System-Nr. 57, Teil B, 863, 1966.

## 酒石酸锑钾

I-1(10)-0019

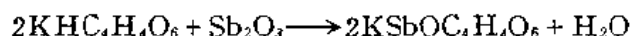
Potassium antimony tartrate

别名 吐酒石; 酒石酸钾锑 Antimony potassium tartrate

分子式  $\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 333.93

**理化性质** 白色结晶或结晶性粉末。在空气中风化。相对密度 2.607。100℃失去结晶水, 235℃以上分解。溶于水; 不溶于乙醇。

**合成方法**<sup>(1)</sup>

将125g酒石酸氢钾溶于1L热水, 加入100g三氧化二锑共沸, 直至三氧化二锑完全溶解(在沸腾时应注意勿使相对密度超过1.08~1.09)。将溶液蒸发至相对密度为1.125时, 冷却结晶。吸滤结晶稍加干燥。产量140g(产率以 $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 计为62%)。

**用途** 用作分析试剂、织物和皮革的媒染剂及杀虫剂。用于制药工业。

**安全与贮存** 有毒。密封保存。

## 参 考 文 献

(1) Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 248, 1964。

## 草 酸 钾

I-1(10)-0020

Potassium oxalate

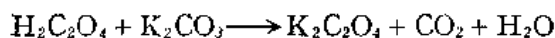
别名 乙二酸钾; 蓍酸钾

分子式  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 

分子量 184.24

**理化性质** 白色结晶或结晶性粉末, 在干燥空气中风化。相对密度 $d_{4}^{20}$  2.127。100℃失去结晶水, 灼烧时变成碳酸盐, 但无显著碳化。溶于水; 微溶于醇。水中溶解度:

| t, °C                                | 0     | 20    | 40    | 60    | 80    | 106.2 |
|--------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , % | 20.35 | 26.67 | 30.44 | 34.72 | 38.87 | 44.19 |

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>

将100g二水合草酸溶于25mL水中, 加热至80℃。在搅拌下分次加入碳酸钾共约120~140g, 直至溶液对酚酞呈碱性反应为止。过滤, 滤液在80℃下蒸发至出现结晶膜。冷却至20℃, 吸滤出结晶, 用10~15mL水洗涤。母液继续蒸发使之结晶。将两次结晶合并一起再结晶一次, 于室温干燥, 得成品。

**用途** 用作分析试剂。用于影片洗印、制药工业。

**安全与贮存** 有毒。密封保存。

## 参 考 文 献

(1) Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 270, 1964。

(2) Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 147, 1974。

## 草 酸 氢 钾

I-1(10)-0021

Potassium hydrogen oxalate

别名 乙二酸氢钾; 重草酸钾 Potassium binoxalate; 酸性草酸钾 Potassium acid oxalate; Sat acetosella; Salt of sorrel

分子式  $\text{KHC}_2\text{O}_4$ 

分子量 128.11

理化性质 无色结晶。相对密度2.044。溶于水,水溶液呈弱酸性;不溶于乙醇和乙醚。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

取184g(1mol)一水合草酸钾,溶于300mL沸水中。加入126g(1mol)二水合草酸,在不断搅拌下加热溶解。煮沸,趁热过滤,冷却。吸滤出结晶,干燥,得成品。

用途 用作分析试剂、媒染剂、清洗剂等。

安全与贮存 有毒。密封贮存。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学大辞典编纂委员会编:《化学大辞典》,卷4,共立出版株式会社,638,1963。

## 邻苯二甲酸氢钾

I-1(10)-0022

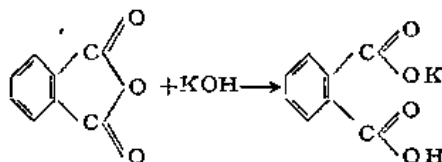
Potassium biphthalate

别名 苯二甲酸氢钾; 酞酸氢钾 Potassium hydrogen phthalate; Potassium acid phthalate; Phthalic acid potassium acid salt

分子式  $\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$ 

分子量 204.23

理化性质 白色结晶。相对密度1.636。在空气中稳定。溶于水,水溶液呈酸性;微溶于乙醇。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

取约660g苛性钾(85%),溶于1000mL水中。在加热下,分次加入邻苯二甲酸酐共约1480g,并不断搅拌。继续加热30分钟,使反应完全。过滤,将滤液蒸浓至热饱和后,放冷至室温。吸滤出结晶,干燥,即为成品。

用途 用作pH测定缓冲剂、分析基准物质。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学大辞典编纂委员会编:“日本化学大辞典”,卷7,共立出版株式会社,827,1963。

## 酒 石 酸 钾

I-1(10)-0023

Potassium tartrate

别名 Soluble tartar

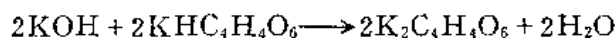
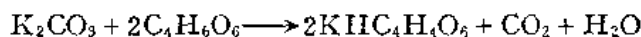
分子式  $\text{K}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ 

分子量 235.28



**理化性质** 无色结晶或结晶性粉末。相对密度 $d_4^{20}$  1.98。于155℃失结晶水, 200~220℃分解。易溶于水, 水溶液呈微碱性; 微溶于乙醇。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



取1500g酒石酸溶于1000mL水中, 加热至沸。在不断搅拌下, 慢慢加入碳酸钾至pH约为3。此时有大量二氧化碳逸出。再加10%氢氧化钾溶液至pH为8。过滤。将滤液浓缩至大量结晶析出。冷却、吸滤出结晶。干燥, 即为成品。

**用途** 用作分析试剂。用于制备微生物培养基及制药工业。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] J. W. Black: "Industrial Chemist", 271, 276, 1939.

### 酒 石 酸 氢 钾

I-1(10)-0024

Potassium hydrogen tartrate

**别名** 重酒石酸钾 Potassium bitartrate; 酸性酒石酸钾 Potassium acid tartrate; Cream of tartar

**分子式**  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$

**分子量** 188.18

**理化性质** 无色或白色结晶性粉末。有甜酸味。相对密度 $d_4^{18}$  1.984。微溶于水; 不溶于乙醇或乙酸; 易溶于稀无机酸、碱溶液或硼砂溶液。水中溶解度:

| $t, ^\circ\text{C}$                    | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
|----------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6, \%$ | 0.32 | 0.54 | 1.19 | 2.40 | 4.40 | 6.50 |

**合成方法**<sup>[1]</sup>



取3300g酒石酸加入2000mL水, 加热煮沸至全部溶解后, 趁热过滤。另取1400g无水碳酸钾, 加入1000mL水, 溶解后也趁热过滤。将此溶液在不断搅拌下慢慢加到酒石酸溶液中。此时有大量二氧化碳生成, 应谨慎加料, 防止溶液溢出。直到溶液pH约为2为止。反应过程中即有大量白色沉淀析出。冷却。吸滤出结晶, 用少量冷水洗涤, 干燥, 得产品。

**用途** 用作分析试剂、缓冲剂、还原剂。用于食品工业等。

**安全与贮存** 密封保存

### 参 考 文 献

- [1] Sanai Hashimoto: *Japan* 157, 177, (June 21, 1943).

### 酒 石 酸 钾 钠

I-1(10)-0025

Potassium sodium tartrate

**别名** 罗瑟尔氏盐 Rochelle salt; 罗氏盐; Seigneffe salt

**分子式**  $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

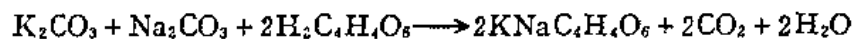
**分子量** 282.23

**理化性质** 无色透明结晶或白色结晶性粉末。在热空气中微有风化。相对密度 1.790。熔点

70~80℃。100℃失去3分子水, 215℃变成无水盐。微溶于乙醇。溶于水, 水溶液对石蕊呈弱碱性, pH7~8。水中溶解度:

|                                                     |      |      |      |      |
|-----------------------------------------------------|------|------|------|------|
| t, °C                                               | 0    | 10   | 20   | 30   |
| KNaC <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>6</sub> , % | 22.1 | 28.9 | 35.4 | 43.3 |

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



将89g试剂碳酸钾溶于180mL水中, 加热并逐渐加入酒石酸直到对酚酞呈弱碱性反应。然后加入72g碳酸钠并加入酒石酸直到溶液对酚酞呈微红色。过滤, 冷却, 吸滤出结晶, 再于热水中进行重结晶。产量约150g。

**用途** 用于菲林溶液、班氏溶液配制, 压电元件及还原糖类。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译:《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 236, 1964。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 134, 1974.

### 乙 酸 钠

I-1(10)-0026

Sodium acetate

**别名** 醋酸钠

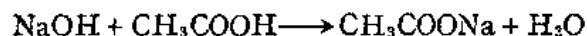
**分子式** CH<sub>3</sub>COONa·3H<sub>2</sub>O

**分子量** 136.08

**理化性质** 无色透明结晶或白色颗粒。在干燥空气中风化。相对密度1.45。熔点58℃。123℃失去全部结晶水, 温度再高即分解。溶于水, 水溶液呈碱性; 微溶于乙醇。水中溶解度:

|                                                    |      |      |      |      |      |      |
|----------------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| t, °C                                              | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
| NaC <sub>2</sub> H <sub>3</sub> O <sub>2</sub> , % | 26.6 | 31.7 | 39.6 | 58.2 | 60.5 | 63.0 |

#### 合成方法<sup>[1,2]</sup>



取1000g冰乙酸, 加250mL水, 加热至约80℃。在搅拌下, 缓缓加入48%氢氧化钠溶液中和。取5mL溶液, 加20mL水, 加几滴酚酞指示剂。若溶液无色, 再加入0.1mol/L NaOH溶液1~2mL, 如溶液变为红色, 可认为反应达终点。然后, 加入少量活性炭, 搅拌, 过滤。滤液在搅拌下缓缓冷却至析出结晶。分离去母液, 在空气中干燥, 得粗品。产量约1700g。

将上述结晶溶于90℃热水中使成饱和溶液。过滤, 滤液冷却后可得纯的三水合乙酸钠结晶。

将上述三水合乙酸钠置于瓷皿中于120℃脱水, 可得到无水乙酸钠粉末。

**用途** 用作印染助剂、肉类防腐剂、制乙酸酐的原料。用于电子、仪表和冶金工业。

**安全与贮存** 防潮、密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] [日] 日本化学会编: "新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(Ⅱ)", 丸善株式会社, 965, 1977。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 277, 1974.

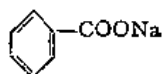
## 苯 甲 酸 钠

I-1(10)-0027

Sodium benzoate

别名 安息香酸钠, 苯甲酸钠

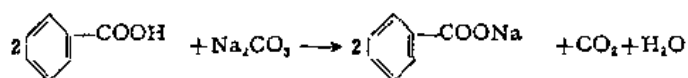
结构式

分子式  $C_6H_5COONa$ 

分子量 144.11

理化性质 白色颗粒或结晶性粉末。溶于水和乙醇; 水溶液呈弱碱性。水中溶解度:

|                   |       |       |       |       |       |       |
|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ C$     | 0.0   | 15.0  | 30.0  | 59.7  | 87.6  | 97.0  |
| $C_6H_5COONa, \%$ | 38.52 | 38.59 | 38.60 | 39.20 | 41.26 | 42.28 |

合成方法<sup>(1)</sup>

将10g十水合碳酸钠溶于30mL水中, 加热至沸。分次少量加入约8.6g苯甲酸至溶液呈中性。过滤、滤液置水浴上蒸发至干。得无水苯甲酸钠。

用途 用作食品防腐剂。用于制药工业、染料中间体。也可用于植物遗传研究。

安全与贮存 密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物的合成(II)”, 丸善株式会社, 987, 1977。

## 柠 檬 酸 钠

I-1(10)-0028

Sodium citrate

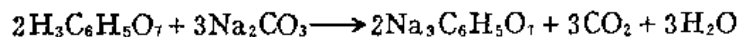
别名 枸橼酸钠; 柠檬酸三钠 Trisodium citrate, Citrosodine, Citnatin

分子式  $Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$ 

分子量 294.10

理化性质 白色结晶或粉末。在150℃熔融并失去结晶水, 再加热则分解。溶于水和甘油; 水溶液呈弱碱性; 微溶于乙醇。水中溶解度:

|                     |      |      |
|---------------------|------|------|
| $t, ^\circ C$       | 25   | 100  |
| $Na_3C_6H_5O_7, \%$ | 41.9 | 62.5 |

合成方法<sup>(1)</sup>

将等当量的柠檬酸和碳酸钠溶于水, 将溶液于8.6mmHg压力下, 减压浓缩至相对密度为1.45(55℃), 析出柠檬酸钠的二水合物结晶。

用途 用作生化试剂。用于医药、饮料、照相及电镀。

安全与贮存 有毒。对大鼠腹腔注射LD<sub>50</sub>为1.76g/kg。密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物合成(II)”, 丸善株式会社, 998, 1977。

## 柠檬酸二氢钠

I-1(10)-0029

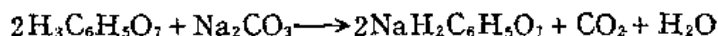
Sodium citrate, monobasic

别名 Monosodium citrate; Sodium dihydrogen citrate

分子式  $\text{NaH}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ 

分子量 214.10

理化性质 近于无色的立方结晶。易溶于水。

合成方法<sup>[1]</sup>

将1mol无水柠檬酸于70℃干燥后，溶于600mL水。将无水碳酸钠于160℃干燥后，在搅拌下按计算量分次少量加到柠檬酸溶液中，煮沸30分钟，过滤，滤液置于蒸发皿中，在蒸汽浴上浓缩至有大量结晶析出，冷却至10~20℃，抽滤，结晶自然干燥后，再于70℃干燥。得柠檬酸二氢钠。

用途 用作分析试剂、抗凝血剂。用于制备柠檬酸盐。

安全与贮存 密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕〔日〕日本化学会编：“新实验化学讲座，8，无机化合物の合成（Ⅱ）”，丸善株式会社，998，1977。

## 甲 酸 钠

I-1(10)-0030

Sodium formate

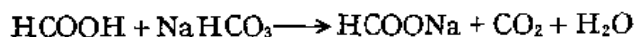
别名 蚁酸钠

分子式  $\text{HCOONa} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 

分子量 104.02

理化性质 无色结晶。微带甲酸气味。无水物相对密度1.92。熔点253℃。强热时分解为草酸钠和氢，最后成碳酸钠。溶于水 and 甘油，微溶于乙醇。水中溶解度：

|           |       |       |       |       |       |       |
|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t, °C     | 0     | 15    | 25.5  | 54    | 74.5  | 100.5 |
| HCOONa, % | 30.47 | 41.88 | 50.53 | 53.80 | 55.82 | 61.54 |

合成方法<sup>[1]</sup>

取100mL85%甲酸（工业），在搅拌下，慢慢加入200g碳酸氢钠。反应后溶液呈碱性。加入0.5g活性碳，加热1~2小时后，取出少量溶液，用硫化氢水检验 $\text{Fe}^{3+}$ 。若有铁存在，则向反应混合物中加少量硫化氢水。然后过滤。滤液用甲酸酸化至呈弱酸性（约加8mL）。加热浓缩至相对密度为1.29（80℃）。冷却至20℃，沉淀出5~10g不纯的甲酸钠，过滤除去。滤液置砂浴上加热至115℃后停止加热。用冰冷却。抽滤析出的结晶，用乙醇洗涤。产量约130g，产率88%。

用途 用作测定磷和砷的试剂、消毒剂、媒染剂。

安全与贮存 密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 263, 1974.

## 草 酸 钠

I-1(10)-0031

Sodium oxalate

别名 乙二酸钠: Disodium oxalate

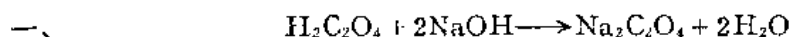
分子式  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 

分子量 134.00

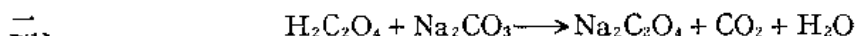
理化性质 无色结晶或白色粉末。相对密度2.34。在250~270℃分解为碳酸钠和一氧化碳。

微溶于水; 不溶于乙醇和乙醚。水中溶解度:

| $t, ^\circ\text{C}$                   | 0    | 20   | 40   | 60   | 80   | 100  |
|---------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4, \%$ | 2.62 | 3.30 | 4.01 | 4.70 | 5.40 | 6.10 |

合成方法<sup>[1,2]</sup>

将125g 二水合草酸溶于80mL水中, 加热到70~80℃。在搅拌下逐滴加入40%氢氧化钠溶液约200mL, 至溶液对酚酞呈强碱性。保持70~80℃析出草酸钠结晶后, 倾去母液, 迅速抽滤, 结晶用100mL水洗涤, (取少量结晶溶于水后用酚酞检验不应呈玫瑰红色)。再用20mL无水乙醇洗涤, 尽量抽干后, 置银皿中在150~200℃干燥, 并不时用小银勺翻动。所得草酸钠应如砂子般的松散。产量100g。



将212g碳酸钠加热溶于1L水中, 先加少量草酸溶液, 生成沉淀, 过滤, 以除去碳酸钠中的不纯物。再将252g草酸溶于1L90℃的热水中。将上述两种溶液分别装于滴液漏斗中, 以相同流速在搅拌下同时滴入加热至90℃的500mL水中, 混合液的pH值应保持在6~7。滴完后, 加热片刻, 冷却, 抽滤析出的结晶, 用冷水洗净。结晶于240~250℃干燥后置于装有浓硫酸的干燥器中。

用途 用作分析试剂和织物、鞣革整理剂。用于制焰火。

安全与贮存 有毒。对小鼠皮下注射MLD150mg/kg。

## 参 考 文 献

- [1] (日) 日本化学会编: “新实验化学讲座, 8, 无机化合物之合成(II)”, 丸善株式会社, 990, 1977。  
 [2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: “Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия» 288, 1974.

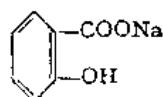
## 水 杨 酸 钠

I-1(10)-0032

Sodium salicylate

别名 柳酸钠; 邻羟基苯甲酸钠 Sodium *o*-hydroxybenzoate; *o*-Hydroxybenzoic acid sodium salt

结构式

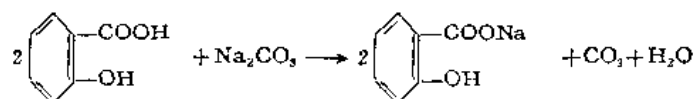
分子式  $\text{NaC}_7\text{H}_5\text{O}_3$ 

分子量 160.10

理化性质 无色鳞片状结晶或白色粉末。见光后变为粉红色。溶于水、乙醇和甘油。水溶液呈弱酸性。水中溶解度:

|                                        |       |       |       |       |       |
|----------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t, ^\circ\text{C}$                    | -1.5  | 12.5  | 20.0  | 47.6  | 78.5  |
| $\text{NaC}_7\text{H}_5\text{O}_3, \%$ | 20.06 | 35.03 | 50.00 | 55.10 | 59.32 |

### 合成方法<sup>(1)</sup>



将16.5g水杨酸与10g碳酸钠混合,在搅拌下分次少量加入10mL水,使成粥状,有二氧化碳气体产生。待不再产生气体后,将固体物于50~60℃干燥。再溶于120mL 96%热乙醇中,冷却,抽滤析出的结晶并重结晶一次,得成品。

**用途** 用作分析试剂、防腐剂。用于有机合成、电子、医药、仪表、冶金工业。

**安全与贮存** 避光密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 990, 1977。

### 酒 石 酸 钠

I-1(10)-0033

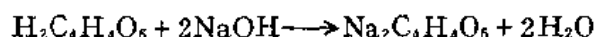
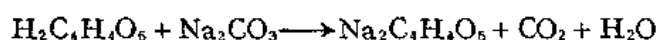
Sodium tartrate

**分子式**  $\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

**分子量** 230.08

**理化性质** 无色透明结晶或结晶性粉末。相对密度1.818。受热溶于自身的结晶水中。在150℃脱水成为无水物。溶于约3份冷水, 1.5份沸水, 水溶液呈弱碱性, 不溶于乙醇。

### 合成方法<sup>(1,2)</sup>



将100g酒石酸溶于200mL水中,加热至80℃,加入十水合碳酸钠中和至溶液对溴百里酚蓝呈浅绿色(约用200g)。加0.1~0.2活性碳,过滤。滤液浓缩至相对密度为1.5,搅拌下冷却。抽滤结晶,用3~4mL水洗涤后,置室温下干燥。产量60~70g。

也可以用氢氧化钠中和酒石酸溶液,然后加入乙醇析出结晶。

**用途** 用作分析试剂及钒的微量测定。也可用作生化试剂。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕〔日〕日本化学会编:“新实验化学讲座, 8, 无机化合物の合成(Ⅱ)”, 丸善株式会社, 995, 1977。  
〔2〕Ю. В. Карякин и И. И. Анрепов:“Чистые химические вещества”, Москва, Издательство «Химия», 251, 1974。

### 酒 石 酸 钠

I-1(10)-0034

Sodium hydrogen tartrate

**别名** 重酒石酸钠 Sodium bitartrate, Sodium acid tartrate

**分子式**  $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$

**分子量** 190.08

**理化性质** 白色结晶。在100℃时熔融并失去结晶水。234℃时分解。溶于约9份水, 2份沸水, 水溶液呈酸性; 不溶于乙醇。

合成方法<sup>(1)</sup>

将500mL 80%的乙酸加热至70~80℃, 逐渐加入85g试剂三氧化铀。过滤。滤液在水浴上蒸发至形成结晶膜, 冷却至15~20℃。吸滤析出的结晶, 用30mL水洗涤, 在室温下干燥。产量100g, 产率80%。

**用途** 临床检验上用于血钠测定。用作细菌氧化过程活化剂。

**安全与贮存** 放射性物品。密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 367, 1974.

## 乙 酸 铀 酰 锌

I-1(10)-0037

Uranyl zinc acetate

**别名** 醋酸铀酰锌 Zinc uranyl acetate; 乙酸双氧铀锌

**分子式**  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

分子量 1085.80

**理化性质** 黄绿色结晶。能与钠离子生成黄色三聚醋酸盐沉淀。

**合成方法<sup>(1,2)</sup>** 将37g乙酸铀酰溶于175mL热水, 加入21g 30%乙酸。另取105g二水合乙酸锌溶于112mL水和10g 30%的乙酸。分别加热至80℃后, 混合两溶液, 冷至20℃。此时析出少量钠盐沉淀, 如无沉淀则滴入乙酸钠饱和溶液直至析出钠盐沉淀为止。

溶液静置过夜后, 过滤。滤液置水浴上于80~85℃蒸发至形成结晶膜。冷却至20℃。吸滤析出之结晶, 用15mL水洗涤后, 置于玻璃皿中干燥。产量100g, 产率60%。

**用途** 测钠分析试剂。

**安全与贮存** 避光密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Ю. В. 卡尔雅金等著, 于忠等译: 《无机化学试剂手册》, 中国工业出版社, 773, 1964。  
[2] Ю. В. Карякин и И. И. Ангелов: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 404, 1974.

## 乙 酸 锌

I-1(10)-0038

Zinc acetate

**别名** 醋酸锌

**分子式**  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

分子量 219.49

**理化性质** 无色片状或粒状结晶, 微有乙酸味。相对密度1.735。熔点237℃, 热至100℃失去结晶水成无水物。溶于水和乙醇, 水溶液呈弱酸性, pH约5.6。

**合成方法<sup>(1,2)</sup>**



向300mL 20%乙酸中加入50g氧化锌, 加热至75~80℃, 滤出未溶的氧化锌。于滤液中加入8~10mL 3%过氧化氢, 加热至沸。再滴入2%乙酸钡, 直至溶液中仅有微量的 $\text{SO}_4^{2-}$ 为止。过滤, 往滤液加入5g新制备的碳酸锌。煮沸5分钟, 再于水浴上加热40~50分钟。过滤,

滤液中补加适量乙酸至略有乙酸味。冷却，吸滤出结晶于室温下干燥，得成品。



将500 g 碳酸锌加水调成糊状后，加入乙酸至反应后溶液中仍留有少量的碳酸锌为止。滤去过量的碳酸锌。滤液中加入30 mL 乙酸后，浓缩，冷却，吸滤出结晶，于低温烘箱内干燥。产量600 g。

**用途** 用作测定钠、硫化氢、蛋白、单宁、胆色素的试剂及媒染剂。

**安全与贮存** 防潮，密封保存。

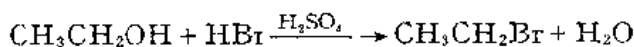
### 参 考 文 献

- 〔1〕 Ю. В. Карякин и И. И. Ангелоз: "Чистые химические вещества", Москва, Издательство «Химия», 403, 1974.
- 〔2〕 陈鸿彬著:《高纯试剂提纯与制备》，上海科学技术出版社，201，1981。



**理化性质** 无色、易燃、易挥发液体，有醚气味和灼烧味。见光或久置变黄色。微溶于水，能与乙醇、乙醚、三氯甲烷和其他有机溶剂相混溶。熔点  $-118.6^{\circ}\text{C}$ 。沸点  $38.4^{\circ}\text{C}$ 。相对密度  $d_4^{20} 1.4604$ 。折光率  $n_D^{20} 1.4239$ 。

#### 合成方法<sup>[1]</sup>



在 1L 圆底烧瓶中放置 415g (281mL) 48% 氢溴酸。在摇动、冷却下，分次加入 120g (65mL) 浓硫酸。然后，加入 100g (145mL, 2.06mol) 95% 乙醇。装一长冷凝器（蒸馏用）和滴液漏斗。从滴液漏斗中慢慢加入 200g (109mL) 浓硫酸。慢慢蒸出溴乙烷。接受瓶中盛有一些水，用冰水冷却。蒸馏毕，分出有机相，依次用等体积浓盐酸、水、5% 碳酸钠溶液和水洗涤。用无水氯化钙干燥。在水浴上蒸馏（接受器置冰浴中），收集  $38\sim 39^{\circ}\text{C}$  的馏分为成品。产量 205g，产率 91%。

**用途** 用于有机合成；用作溶剂、致冷剂和测定折光率的标准样品。

**安全与贮存** 本品蒸气有麻醉性，能刺激眼睛和呼吸系统。阈限值 200ppm (890mg/m<sup>3</sup>)。长期吸入低浓度蒸气会损害神经系统。受高热分解出有毒气体。遇明火发生燃烧和爆炸。与氧化剂剧烈反应。置阴凉、通风、干燥处，远离火、热源，与氧化剂隔绝密封存放。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 388, 1978.

### 碘 乙 烷

I-2(1)-0003

Iodoethane

**别名** 乙基碘 Ethyl iodide

**结构式**  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{I}$

**分子式**  $\text{C}_2\text{H}_5\text{I}$

**分子量** 155.97

**理化性质** 强折光性重液体，有醚气味。曝露在光和空气中，释出碘而变红。微溶于水并逐渐分解，溶于乙醚，能与乙醇和多数有机溶剂相混溶。熔点  $-108^{\circ}\text{C}$ 。沸点  $72.3^{\circ}\text{C}$ 。相对密度  $d_4^{20} 1.9358$ 。折光率  $n_D^{20} 1.5133$ 。

**合成方法** 参照碘丁烷 (I-2(1)-0014) 的合成。不同之处，仅为由 48g (1.05mol) 无水乙醇代替 78g (1.05mol) 正丁醇。

最后蒸馏，收集  $71\sim 73^{\circ}\text{C}$  的馏分为成品。产率也相当。

**用途** 用于医药、有机合成。

**安全与贮存** 本品有毒。蒸气浓度高时，有麻醉性。吸入浓度达 141ppm 的空气 24 小时，即可致死。后作用大。受高热分解出有毒烟气并燃烧。与氧化剂剧烈反应。置阴凉通风处，远离火、热源，与氧化剂隔绝，避光密封保存。

### 1-氯-2,3-环氧丙烷

I-2(1)-0004

1-Chloro-2,3-epoxypropane

**别名** 表氯醇  $\alpha$ -Epichlorohydrin; 氯甲基环氧乙烷 Chloromethyl-oxirane

**结构式**  $\text{Cl}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2$   


**分子式**  $\text{C}_3\text{H}_5\text{ClO}$

**分子量** 92.52

氧化钙。然后,用蒸馏氯代环氧丙烷的方法(I-2(1)-0004),减压蒸出溴代环氧丙烷〔61~62℃(50mmHg)〕。将前后两次蒸馏得到的馏出物下层合并,经无水硫酸钠干燥后,蒸馏,收集134~136℃的馏分为成品。产量1130~1200g,产率84~89%。

用途 用作纤维素溶剂。

安全与贮存 本品遇高热分解出有毒气体,能与氧化剂强烈反应。遇明火易燃。置阴凉通风处,远离火、热源,与氧化剂隔绝存放,并密封贮存。

### 参 考 文 献

- [1] A. H. Blatt; "Organic Syntheses", Coll. Vol. II, 1st ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 265, 1955.  
[2] A. H. Blatt; "Organic Syntheses", Coll. Vol. II, 1st ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 308, 1955.

## 2-溴 丙 烷

I-2(1)-0006

### 2-Bromopropane

别名 异丙基溴 *iso*-Propyl bromide

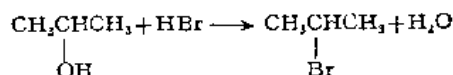
结构式  $\text{CH}_3-\underset{\text{Br}}{\underset{|}{\text{CH}}}-\text{CH}_3$

分子式  $\text{C}_3\text{H}_7\text{Br}$

分子量 122.99

理化性质 无色、有毒、易燃液体。微溶于水;溶于丙酮、苯和三氯甲烷,能与乙醇、乙醚相混溶。熔点-89℃。沸点59.38℃。相对密度 $d_4^{20}$ 1.3140。折光率 $n_D^{20}$ 1.4251。闪点19℃。

合成方法<sup>[1]</sup>



将40g(51mL, 0.67mol)异丙醇和460g(310mL)48%氢溴酸置于500mL圆底烧瓶中。装上蒸馏装置。接受器置冰浴中冷却。加热慢慢蒸馏(1~2滴/sec),直到约一半液体被蒸出。分出下层溴代烷。上层水相返回烧瓶连同剩余物再慢蒸馏。从馏出液分出少量的溴代烷。两部分溴代烷合并后,依次用等体积浓盐酸,水,5%碳酸钠溶液和水洗涤。以无水氯化钙干燥。蒸馏,收集58~59℃的馏分为成品。产量66g,产率81%。

用途 用于药物、染料和其他有机化合物的合成。

安全与贮存 本品毒性与溴己烷相似,小鼠在浓度1000ppm时吸入36分钟死亡。受高热分解出有毒气体。置阴凉通风处,远离火、热源,隔绝氧化剂存放。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel, "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 387, 1978.

## 碘 丙 烷

I-2(1)-0007

### 1-Iodopropane

别名 正丙基碘;碘代正丙烷 *n*-Propyl iodide

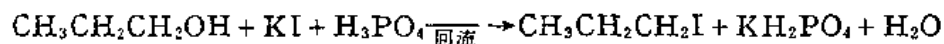
结构式  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{I}$

分子式  $\text{C}_3\text{H}_7\text{I}$

分子量 169.99

**理化性质** 无色或浅黄色液体，见光颜色变深。微溶于水；能与乙醇、乙醚相混溶。熔点  $-101.3^{\circ}\text{C}$ 。沸点  $102.45^{\circ}\text{C}$ 。相对密度  $d_4^{25} 1.7489$ 。折光率  $n_D^{25} 1.5058$ 。

#### 合成方法<sup>(1)</sup>



将320g(2mol) 干碘化钾和305g(2.96mol) 95%磷酸（定量85%磷酸在冷却搅拌下加入计算量五氧化二磷即成）置于1L三颈烧瓶中。装上电搅拌器、温度计和回流冷凝器。开动搅拌，于室温加入60g(1mol) 正丙醇。回流混合物6小时。冷至室温。分出有机相，加150mL水，以250mL乙醚提取。分出醚层，依次用硫代硫酸钠和氯化钠饱和溶液洗涤。以无水氯化钠干燥。在水浴上蒸除乙醚后，蒸馏，收集  $102\sim 103^{\circ}\text{C}$  的馏分为成品。产量153g，产率90%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品有毒。遇明火、高温能燃烧，能分解出有毒气体。与氧化性物质发生反应。置阴凉通风处，远离火、热源，与氧化剂隔绝，避光存放。密封保存。

### 参 考 文 献

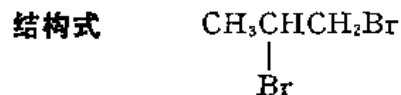
- [1] Herman stone, et al.; *J. Org. Chem.*, 491~495(1950).

### 1,2-二溴丙烷

I-2(1)-0008

#### 1,2-Dibromopropane

**别名** Propylene bromide; 2-Bromopropyl bromide; Propylene dibromide



**分子式**  $\text{C}_3\text{H}_5\text{Br}_2$

**分子量** 201.89

**理化性质** 无色或浅黄色液体。不溶于水；能与乙醇、乙醚、丙酮和三氯甲烷相混溶。熔点  $-55.25^{\circ}\text{C}$ 。沸点  $140^{\circ}\text{C}$ ； $35.7^{\circ}\text{C}/10\text{mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{25} 1.9324$ 。折光率  $n_D^{25} 1.5201$ 。闪点  $54^{\circ}\text{C}$ 。

#### 合成方法



在2L三颈烧瓶中放置492g(4mol) 1-溴丙烷和20g 除去氧化膜和油污的铁粉。装上电搅拌器、温度计，并通过“U”形管装上滴液漏斗和回流冷凝器（顶端与吸收溴化氢装置相连）。搅拌，加热至  $45^{\circ}\text{C}$ ，从滴液漏斗加入640g(4mol) 溴（调节加料速度，使呈微沸态）。加溴毕，继续搅拌、回流1~1.5小时。然后，滤除铁渣。滤液用水洗几次，5%碳酸钠溶液洗一次，再用5%硫代硫酸钠溶液洗除游离溴。以无水氯化钙干燥。蒸馏，收集  $139\sim 142^{\circ}\text{C}$  的馏分为成品。

**用途** 作溶剂，用于有机合成。

**安全与贮存** 本品遇高温时分解成毒性气体，应放置阴凉处，避火密封贮存。

## 1,3-二溴丙烷

I-2(1)-0009

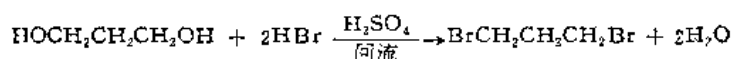
1,3-Dibromopropane

别名 三亚甲基二溴 Trimethylene dibromide

结构式  $\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ 分子式  $\text{C}_3\text{H}_6\text{Br}_2$ 

分子量 201.89

理化性质 无色或浅黄色液体。易吸潮，见光逐渐分解。不溶于水；溶于乙醚、丙酮和三氯甲烷。凝固点  $-34.2^\circ\text{C}$ 。沸点  $167.3^\circ\text{C}$ ； $55.6^\circ\text{C}/10\text{ mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{20} 1.9822$ 。折光率  $n_D^{20} 1.5232$ 。闪点  $54^\circ\text{C}$ 。

合成方法<sup>(1)</sup>

在装有回流冷凝器的圆底烧瓶中放置500g (约3mol) 48%氢溴酸。摇动下分次加入150g (82mL) 浓硫酸。继而加入91.2g (86.6mL, 1.2mol) 1,3-丙二醇 (210~215°C的馏分)，最后慢慢加入240g (130mL) 浓硫酸。将混合物回流3~4小时。蒸馏，直到馏出物中没有油珠为止。

分出下层的有机相，先用水洗，然后用等体积浓盐酸、水、5%碳酸氢钠溶液和水洗涤。尽量分净水层，以无水氯化钙干燥。蒸馏，收集162~165°C的馏分为成品。产量213~228g，产率88~95%。

用途 用于制药和有机合成。

安全与贮存 本品遇高热分解成毒性气体。应放置阴凉处，避光避火密封贮存。

## 参 考 文 献

(1) Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 389, 1978.

## 3-氯 丙 烯

I-2(1)-0010

3-Chloropropene

别名 氯化丙烯；烯丙基氯 Allyl chloride; Chlorallylene

结构式  $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{Cl}$ 分子式  $\text{C}_3\text{H}_5\text{Cl}$ 

分子量 76.53

理化性质 无色透明液体。有不愉快的刺激性气味。不溶于水，能与乙醇、乙醚、三氯甲烷、石油醚等任意混合。熔点  $-143.5^\circ\text{C}$ 。沸点  $45^\circ\text{C}$ 。闪点  $-32^\circ\text{C}$ 。自燃点  $485^\circ\text{C}$ 。爆炸极限 2.9~11.2%。相对密度  $d_4^{20} 0.9376$ 。折光率  $n_D^{20} 1.4157$ 。蒸气压 366.8 mmHg (25°C)。蒸气密度 2.46。

合成方法<sup>(1)</sup>

向装有回流冷凝器，机械搅拌器和分液漏斗的750mL三颈烧瓶中，加入87g (100mL 1.5mol) 烯丙醇，150mL浓盐酸和2g新制备的氯化亚铜。将混合物冰浴冷却。在搅拌下经分液漏斗滴加50mL浓硫酸。反应至最后有少许氯化氢气逸出，静置30分钟，使完全析出氯丙

烯, 分出上层, 用同体积水洗两次, 加无水氯化钙干燥。分馏、收集46~47℃的馏分为成品, 约100g, 产率87%。

**用途** 用于有机合成、塑料等中间体的制备, 用作杀虫剂。

**安全与贮存** 本品易燃, 有毒, 受高热分解放出有毒的氯化物气体, 具有强刺激性。应远离火源, 在阴凉通风处密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 386, 1978.

### 3-溴 丙 烯

I-2(1)-0011

#### 3-Bromopropene

**别名** 烯丙基溴 Allyl bromide, Bromallylene

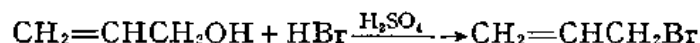
**结构式**  $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{Br}$

**分子式**  $\text{C}_3\text{H}_5\text{Br}$

**分子量** 120.98

**理化性质** 无色到淡黄色液体。有刺激性的不愉快气味。不溶于水, 能溶于乙醇、乙醚、氯仿、四氯化碳、二硫化碳等。熔点-119.4℃。沸点70℃/753mmHg。闪点-1.11℃。自燃点295℃。爆炸极限4.4~7.3%。相对密度 $d_4^{20}$ 1.398。折光率 $n_D^{20}$ 1.4697。蒸气密度4.17。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



向装有回流冷凝器、搅拌器和分液漏斗的3L三颈烧瓶中, 加入1000g(5.9mol)48%氢溴酸和300g(162mL)浓硫酸, 再加入233g(4mol)丙烯醇, 将回流冷凝器改装向下作蒸馏用的冷凝器, 开动搅拌器, 从分液漏斗将300g(162mL)浓硫酸慢慢加入到温热的溶液中, 3-溴丙烯在0.5~1小时内完全蒸出, 用稀碳酸钠溶液洗涤, 并用氯化钙干燥后进行蒸馏, 收集69~72℃的馏分, 得溴丙烯445~465g, 产率92~96%。

**用途** 用于有机合成, 树脂和香料中间体。

**安全与贮存** 本品易燃, 有毒。能强烈刺激眼睛和皮肤。受高温分解, 放出有毒的溴化物气体。应防止日光直射, 于阴凉通风处存放, 贮期不宜过长, 防止变质。

### 参 考 文 献

- [1] Henry Gilman: "Organic Syntheses", Coll. Vol. I, 2nd ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 27, 1956.

### 氯 丁 烷

I-2(1)-0012

#### 1-Chlorobutane

**别名** 正丁基氯, 氯代正丁烷 *n*-Butyl chloride

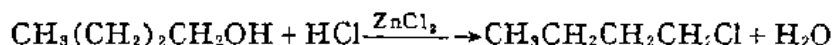
**结构式**  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$

**分子式**  $\text{C}_4\text{H}_9\text{Cl}$

**分子量** 92.57

**理化性质** 无色透明易燃液体。不溶于水; 能与乙醇、乙醚相混溶。熔点-123.1℃。沸点78.5℃。相对密度 $d_4^{20}$ 0.8850。折光率 $n_D^{20}$ 1.4022。闪点-6.7℃。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在250mL圆底烧瓶中放置68g(0.5mol)研碎的无水氯化锌和42mL(0.5mol)浓盐酸。将烧瓶在自来水流下边摇边冷。大部分氯化锌溶解后,加入18.5g(23mL, 0.25mol)正丁醇。装上回流冷凝器(顶端与吸收氯化氢的装置相连)。温和地回流2小时。改回流为蒸馏装置,收集115℃以下的馏分。分出其上层,连同等体积的浓硫酸移入250mL圆底烧瓶中,温和地回流15~30分钟。蒸出氯丁烷,收集76~79℃的馏分。依次用25mL水、10mL 5%氢氧化钠和25mL水洗涤。以无水氯化钙干燥。蒸馏,收集75~78℃的馏分为成品。产量15~16g,产率65~69%。

**用途** 用于有机合成;也用作溶剂。

**安全与贮存** 本品有毒。对皮肤有刺激性。大鼠口服  $\text{LD}_{50}$  2.67g/kg。受高热分解出有毒的光气。与氧化剂强烈反应。遇明火易燃。置阴凉通风处,远离火、热源,与氧化剂隔绝。密封保存。

### 参 考 文 献

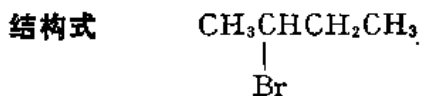
- [1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 383, 1978.

## 2-溴 丁 烷

I-2(1)-0013

### 2-Bromobutane

**别名** 仲丁基溴 *sec*-Butyl bromide

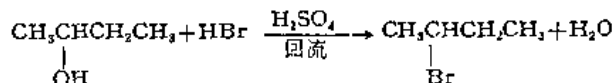


**分子式**  $\text{C}_4\text{H}_9\text{Br}$

**分子量** 137.03

**理化性质** 无色透明液体,有芳香气味。不溶于水;溶于三氯甲烷;能与丙酮和苯相混溶。熔点-111.9℃。沸点91.2℃。相对密度 $d_4^{20}$  1.2585。折光率 $n_D^{20}$  1.4366。闪点21.1℃(开杯)。

**合成方法** <sup>[1,2]</sup>



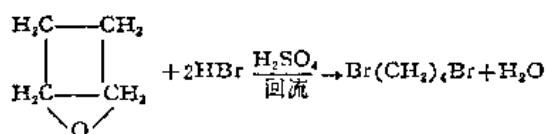
将250g 48%氢溴酸置于500mL圆底烧瓶中。在摇动下分次加入75g(41mL)浓硫酸。再加入88g(110mL, 1.2mol)仲丁醇(99~100℃的馏分)。最后,分次加入60g(32.5mL)浓硫酸。边加边摇。装上回流冷凝器(顶端与吸收溴化氢的装置相连),温和地回流2~3小时。稍冷,进行蒸馏,直蒸到无溴化物油珠为止。分出下层有机相,依次用水,等体积浓盐酸(2~3次,直到摇荡后酸层体积不变)、水、5%碳酸钠溶液和水洗涤。每次洗涤后,都要尽量分净水层。以无水氯化钙干燥。蒸馏,收集90.5~92.5℃的馏分为成品。产量150g,产率92%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品在空气中浓度高时,具有麻醉作用,易燃,应避火,密封贮存。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 390, 1978.



在500mL圆底烧瓶中,依次放置250g(170mL)48%氢溴酸、75g(41mL)浓硫酸和18.1g(20.5mL, 0.25mol)重蒸过(65~66℃的馏分)的四氢呋喃。装上回流冷凝器,温和地回流3小时。冷至室温。分出下层的二溴化物,依次用25mL水,20mL10%碳酸钠溶液和30mL水洗涤。以无水硫酸镁干燥。减压蒸馏,收集83~84℃/12mmHg的馏分为成品。产量40g,产率74%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品有局部刺激,在浓度高时呈现麻醉作用。应密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel; "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 390, 1978.  
[2] *ibid*, 391.

### 1,4-二碘丁烷

I-2(1)-0016

#### 1,4-Diiodobutane

**别名** 四亚甲基二碘 Tetramethylene diiodide

**结构式**  $\text{ICH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{I}$

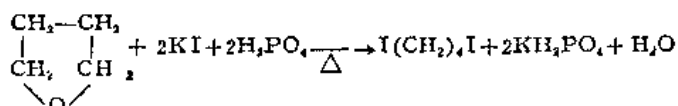
**分子式**  $\text{C}_4\text{H}_8\text{I}_2$

**分子量** 309.92

**理化性质** 无色或浅黄色液体。不溶于水。熔点5.8℃。沸点125~126℃/15mmHg(分解)。

相对密度 $d_4^{20}$ 2.349。折光率 $n_D^{20}$ 1.619。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在装有电搅拌器、温度计和回流冷凝器的500mL三颈烧瓶中,放置32.5g五氧化二磷,加入115.5g(67.5mL)85%的磷酸。搅拌冷却至室温后(所得磷酸的浓度为95%),再加入166g(1mol)碘化钾和22.5g(0.25mol)重蒸过(65~66℃的馏分)的四氢呋喃。在100~120℃下(开始达不到此温度),搅拌混合物3~4小时。冷至室温后,加入75mL水和125mL乙醚。分出醚层,用25mL10%的硫代硫酸钠溶液一起振荡,除去其中的碘后,再用100mL冷的饱和氯化钠溶液洗涤。以无水硫酸镁干燥。在水浴上蒸除乙醚后,改换油浴减压蒸馏,收集109.5~110.5℃/6mmHg的馏分为成品。产量70g,产率90%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品有刺激性,避光密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel; "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 393, 1978.

(均为饱和)洗涤。分出粗品,以较多的无水氯化钙至少干燥24小时。蒸馏,收集141.5~142.5℃的馏分为成品。产量90g,产率76%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品易燃,受高热分解出有毒气体。能与氧化剂反应。置阴凉通风处,远离火,热源,与氧化剂隔绝存放。

### 参 考 文 献

[1] Arthur I. Vogel; "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 384, 1978.

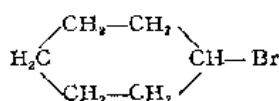
### 溴代环己烷

I-2(1)-0019

Bromocyclohexane

**别名** 环己基溴 Cyclohexyl bromide; 六氢溴代苯 Hexahydrobromobenzene

**结构式**

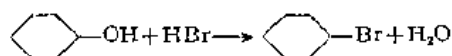


**分子式**  $C_6H_{11}Br$

**分子量** 163.06

**理化性质** 无色或浅黄色液体,有刺激性气味。不溶于水;能与乙醇、乙醚、丙酮、苯和四氯化碳等相混溶。熔点-56.5℃。沸点166.2℃; 45.5℃/10mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.3359。折光率 $n_D^{20}$ 1.4957。闪点62℃。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在500mL圆底烧瓶中放置50g(0.5mol)环己醇,260g(176mL)48%溴氢酸。在水浴上加热回流6小时。将混合物中加入少量水,分出下层有机相,用无水氯化钙干燥。蒸馏,收集163~165℃的馏分为成品。产量60g,产率74%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品易燃,遇明火、高温有燃烧的危险。应于阴凉通风处密封保存。

### 参 考 文 献

[1] Arthur I. Vogel; "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 387, 1978.

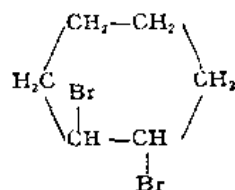
### 1,2-二溴环己烷(反式)

I-2(1)-0020

*trans*-1,2-Dibromocyclohexane

**别名** 反邻二溴环己烷 *trans*-*o*-Dibromocyclohexane

**结构式**



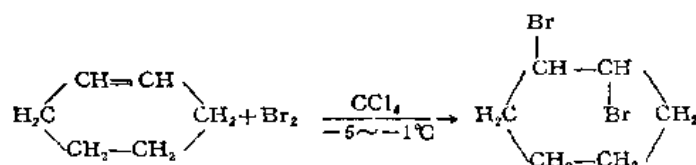
**分子式**  $C_6H_{10}Br_2$

**分子量** 241.95



**理化性质** 无色或浅黄色液体。见光或在空气中曝露时，因分解而颜色变深。不溶于水；溶于乙醇、乙醚、丙酮、苯和其他有机溶剂。熔点 $-4^{\circ}\text{C}$ 。沸点 $145^{\circ}\text{C}/100\text{mmHg}$ ； $105^{\circ}\text{C}/20\text{mmHg}$ 。相对密度 $d_4^{20}1.7759$ 。折光率 $n_D^{20}1.5445$ 。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



在2L三颈烧瓶中放置由123g(1.5mol)环己烯(沸点间隔 $2^{\circ}\text{C}$ )、300mL四氯化碳和15mL无水乙醇配成的溶液。将烧瓶置冰盐浴中。装上电搅拌器、滴液漏斗和温度计。开动搅拌。当温度降至 $-5^{\circ}\text{C}$ 时，从滴液漏斗加入溴210g(1.3mol)和四氯化碳(145mL)所配成的溶液。调节加入速度，使混合物的温度不高于 $-10^{\circ}\text{C}$ 。约3小时加完。

将混合物移入1L改良克氏烧瓶中，在水浴上蒸除四氯化碳和过量的环己烯。换水浴为油浴。减压蒸馏，收集 $99\sim103^{\circ}\text{C}/16\text{mmHg}$ 或 $108\sim112^{\circ}\text{C}/25\text{mmHg}$ 的馏分为成品。产量303g，产率95%。

为使产品在放置中不变色，作如下处理：用其体积1/3的20%氢氧化钾-乙醇溶液振荡5分钟，再用水洗至无碱性。以无水硫酸钠干燥并蒸馏。此过程损失约10%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 密封保存。

## 参 考 文 献

- (1) A. H. Blatt, "Organic Syntheses", Coll. Vol. II, 1st ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 171, 1955.

## 1,6-二溴己烷

I-2(1)-0021

### 1,6-Dibromohexane

**别名** 六亚甲基二溴 Hexamethylene dibromide

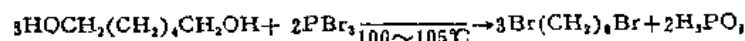
**结构式**  $\text{BrCH}_2(\text{CH}_2)_4\text{CH}_2\text{Br}$

**分子式**  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{Br}_2$

**分子量** 243.97

**理化性质** 无色或浅黄色液体。不溶于水；溶于乙醇、乙醚、苯和三氯甲烷。沸点 $243^{\circ}\text{C}$ 。相对密度 $d_4^{25}1.586$ 。折光率 $n_D^{20}1.5066$ 。闪点 $32^{\circ}\text{C}$ 。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



在500mL三颈烧瓶中，放置58g(0.49mol)1,6-己二醇<sup>(2)</sup>和6.84g(0.22mol)赤磷。装上电搅拌器、温度计、回流冷凝器和滴液漏斗。将混合物搅拌、加热到 $100\sim150^{\circ}\text{C}$ 。在此温度范围内经滴液漏斗慢慢加入80g(0.5mol)溴。加完后继续在该温度下搅拌1小时。冷却混合物至室温，用水冲稀。加入100mL乙醚。滤除过量的赤磷。分出二溴化物的乙醚溶液，用10%硫代硫酸钠溶液和水洗涤。以无水氯化钙干燥。在水浴上蒸除乙醚后，减压蒸馏，收集 $114\sim115^{\circ}\text{C}/12\text{mmHg}$ 的馏分为成品。产量85g，产率71%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品易燃并有毒性和刺激性。应避火密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 391, 1978.  
[2] *ibid.*, 362~363.

## 己 烯

I-2(1)-0022

### 1-Hexene

**别名** 丁基乙烯 Butylethylene

**结构式**  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}=\text{CH}_2$

**分子式**  $\text{C}_6\text{H}_{12}$

**分子量** 84.16

**理化性质** 无色液体。不溶于水；能溶于乙醇、乙醚、苯和三氯甲烷。易燃。熔点 $-139.82^\circ\text{C}$ 。沸点 $63.35^\circ\text{C}$ 。闪点 $<-6.67^\circ\text{C}$ 。爆炸极限下限为1.2%。相对密度 $d_4^{20}$  0.6731。折光率 $n_D^{20}$  1.3837。蒸气压310mmHg( $38^\circ\text{C}$ )。蒸气密度3.0。

### 合成方法<sup>[1]</sup>

1mol己胺悬浮在9mol25%氢氧化钠水溶液中，4mol硫酸二甲酯分小量加入，在冷却下摇荡。季铵盐以粘稠油状物分出。

油状季铵盐溶于1.5mol20%稀硫酸，回流2小时。冷却，加入微过量的氢氧化钡溶液。滤出硫酸钡沉淀，滤液在 $50^\circ\text{C}$ 减压浓缩，加入4mol50%氢氧化钾进行蒸馏，馏出液中分去水层，油层用稀硫酸洗涤去胺，再用水洗。干燥后再蒸馏，几乎全部在 $66^\circ\text{C}$ 沸腾，产率66%。

**用途** 用于有机合成、树脂合成、香料和染料。

**安全与贮存** 本品易燃，遇高热、明火、强氧化剂有引起燃烧和爆炸的危险。其蒸气能与空气形成爆炸性混合物。应贮存于阴凉通风处，远离火种、热源，防止阳光直射。不宜久贮，防止变质。

### 参 考 文 献

- [1] 王葆仁著：《有机合成反应》，上册，科学出版社，290, 1981。

## 四 氰 乙 烯

I-2(1)-0023

### Tetracyanoethylene

**别名** 过氰乙烯 Percyanoethylene; Ethenetetracarbonitrile; TCNE

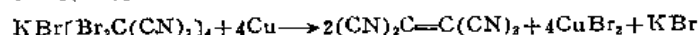
**结构式**  $(\text{CN})_2\text{C}=\text{C}(\text{CN})_2$

**分子式**  $\text{C}_2\text{N}_4$

**分子量** 128.09

**理化性质** 无色结晶。 $120^\circ\text{C}$ 以上升华。有毒。在氧气中火焰温度较乙炔高。在潮湿空气中水解成氰化氢。沸点 $223^\circ\text{C}$ 。熔点 $200^\circ\text{C}$ 。

### 合成方法<sup>[1]</sup>



向装有高效搅拌器、分液漏斗及温度计的2L三颈烧瓶中，加入900mL冷水，99g(1.5mol)丙二腈及75g(0.63mol)溴化钾。烧瓶置于冰浴中，开动搅拌，当混合物降温至 $5\sim 10^\circ\text{C}$ ，(析出大量固体)，经2.5小时加入488g(158mL, 3.05mol)溴。保持在 $5\sim 10^\circ\text{C}$ ，继续搅拌

2小时。用布氏漏斗滤出固体复合物，用150mL冰冷水洗涤，尽量抽干，在五氧化二磷真空干燥器中干燥至恒重，得浅黄色二溴丙二腈溴化钾盐324~340g，产率85~89%。

向装有密封搅拌器和回流冷凝器的2L三颈烧瓶中，加入254g(0.25mol)二溴丙二腈溴化钾盐及1L干燥苯，开始搅拌，加入100g(1.57mol)沉淀铜粉，加热回流搅拌10~16小时，苯层逐渐变成深黄色，最后过滤热溶液。大部分固体留在烧瓶中，再加300mL干燥苯，加热回流搅拌30分钟，倾出热溶液，过滤。沉淀，用两份25mL热苯洗涤，过滤。合并滤液，浓缩至约350mL，冷至5℃，放置过夜。抽滤结晶，用两份25mL冷苯洗涤，在真空干燥器中干燥，得产品35~40g，产率55~62%。熔点197~199℃（密封毛细管）。此品宜于在1~2天内使用。可采用干燥氯代苯进行重结晶，可得到稳定的产品，精制产率85~90%，熔点199~200℃（密封毛细管）。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品有毒，易燃。不稳定，水解后产生剧毒气体。应于阴凉通风处密封保存。

### 参 考 文 献

- (1) Norman Rabjohn: "Organic Syntheses", Coll. Vol. IV, 1st ed., John Wiley & Sons, N. Y., 877, 1963.

### 碘 庚 烷

I-2(1)-0024

#### 1-Iodoheptane

**别名** 正庚基碘；碘代正庚烷 *n*-Heptyl iodide

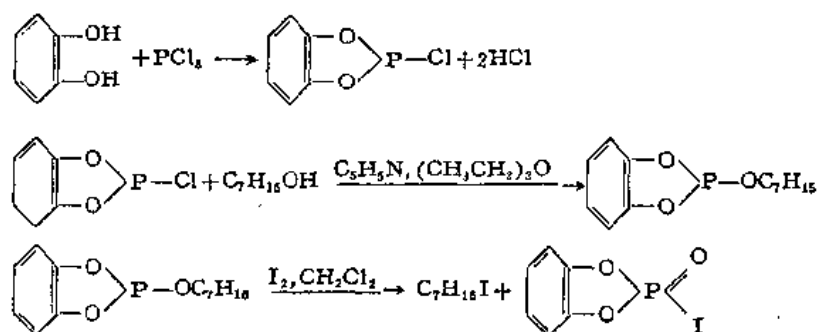
**结构式**  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}_2\text{I}$

**分子式**  $\text{C}_7\text{H}_{15}\text{I}$

**分子量** 226.10

**理化性质** 无色液体，见光或久置变色。不溶于水；溶于乙醇、乙醚、丙酮和三氯甲烷。熔点-48.2℃。沸点204℃；76.16℃/10mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.3791。折光率 $n_D^{20}$ 1.4904。闪点78℃。

**合成方法** (1,2)



在500mL三颈烧瓶（用约2mL水润湿过）中，放置110g(1.0mol)邻苯二酚。将烧瓶置水浴中。装强力电搅拌器、回流冷凝器和250mL滴液漏斗。冷凝器上端与吸收氯化氢的装置相连。在剧烈搅拌下，从滴液漏斗于15分钟内加入206g(131mL, 1.5mol)三氯化磷。随着氯化氢气体的释出，瓶内物不久就固化。停止搅拌，将混合物在室温放1小时。然后把水浴加热至沸腾，当固体熔化后，继续在沸水浴中搅拌2小时。

用水泵减压蒸馏（在接受器和泵之间装一捕集器，用acetone-Cardice混合物冷却）。氯

化亚磷酸邻次苯酯在98℃/25mmHg或91℃/18mmHg沸腾。产量165g, 产率95%。产物在冰箱中结晶, 30℃熔化。从捕集器可回收未反应的三氯化磷约50g。

在2L干燥圆底烧瓶中放置87.0g(0.5mol)氯化亚磷酸邻次苯酯、39.5g(0.5mol)重蒸过的干吡啶和500mL干乙醚。将瓶内物冷至0℃左右。在摇动下于5分钟内加入由58.1g(0.5mol)正庚醇和400mL干乙醚配成的溶液。让混合物在室温下过夜。吸滤出吡啶盐酸盐, 用干乙醚充分洗涤。合并滤液和洗液。在水浴上蒸除乙醚, 得到127.0g(100%)无色油状的亚磷酸酯。

将50.9g(0.20mol)亚磷酸酯、500mL干二氯甲烷和50.8g(0.20mol)碘置于1L圆底烧瓶中。在室温下搅拌1小时。把溶液转入2L分液漏斗中, 用400mL10%硫代硫酸钠溶液洗除可能存在的未反应的碘。再依次用5%氢氧化钠溶液(400mL×2)、5%碳酸氢钠溶液(400mL×2)和400mL饱和氯化钠溶液洗涤。分出有机相, 以无水硫酸钙干燥后, 在水浴中蒸除溶剂, 得到41.5g碘庚烷粗品, 产率92%。在氮气保护下减压蒸馏, 收集96~104℃/40~48mmHg的馏分成品。产量39g, 产率86%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品有刺激性, 见光易分解, 应避光密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 406, 1978.  
[2] *ibid.*, 395~396.

### 溴 辛 烷

I-2(1)-0025

#### 1-Bromooctane

**别名** 溴代正辛烷, 正辛基溴 *n*-Octyl bromide, *n*-Capryl bromide, Caprylic bromide, Octoic bromide, Octylic bromide

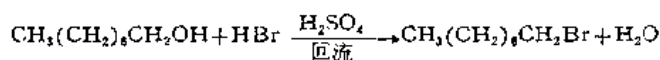
**结构式**  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{CH}_2\text{Br}$

**分子式**  $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{Br}$

**分子量** 193.13

**理化性质** 无色液体。不溶于水; 能与乙醇, 乙醚相混溶。熔点-55℃。沸点200.8℃, 77.3℃/10mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.1122。折光率 $n_D^{20}$ 1.4524。闪点78℃。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在500mL圆底烧瓶中放置240g(1.4mol)48%氢溴酸、62g(34mL)浓硫酸和71g(0.55mol)正辛醇(135~140℃/100mmHg的馏分)。将混合物加热回流5~6小时后, 用水稀释。分出有机相, 依次用30mL水、10mL浓硫酸、20mL水和30mL10%碳酸氢钠溶液洗涤。以无水氯化钙干燥。蒸馏, 收集196~200℃(或91~93℃/22mmHg)的馏分为成品。产量96g, 产率91%。

**用途** 用作有机合成。

**安全与贮存** 本品有毒, 浓度高时能引起肝脏损害, 并有麻醉作用。

### 参 考 文 献

- [1] Henry Gilman: "Organic Syntheses", Coll. Vol. I, 2nd ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 30, 1956.

## 正 十 二 烷

I-2(1)-0026

*n*-Dodecane

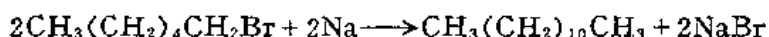
别名 联己烷 Dihexyl; 月桂烷

结构式  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$ 分子式  $\text{C}_{12}\text{H}_{26}$ 

分子量 170.34

理化性质 无色液体。不溶于水; 易溶于乙醇、乙醚、丙酮、三氯甲烷和四氯化碳。熔点  $-9.6^\circ\text{C}$ 。沸点  $216.3^\circ\text{C}$ ;  $91.5^\circ\text{C}/10\text{mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{20} 0.7487$ 。折光率  $n_D^{20} 1.4216$ 。闪点  $73.89^\circ\text{C}$ 。

合成方法 参照正辛烷的合成 (本书 I-3-0018)。



用 82.5g (70.5mL, 0.5mol) 溴己烷 (154~156°C 的馏分) 代替 68.5g (53mL, 0.5mol) 溴丁烷。

最后, 减压蒸馏, 收集  $94^\circ\text{C}/13\text{mmHg}$  的馏分为成品。产量 37g, 产率 87%。

用途 用作溶剂; 用于有机合成。

安全与贮存 本品易燃, 遇明火、高热和氧化剂能燃烧。蒸气与空气形成的爆炸性混合物的爆炸下限为 0.6%。置于阴凉通风处, 远离火、热源, 隔绝氧化剂存放。

## 氯 代 十 二 烷

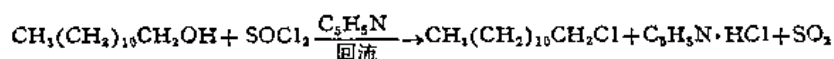
I-2(1)-0027

1-Chlorododecane

别名 正十二烷基氯 *n*-Dodecyl chloride; 月桂基氯, 氯化月桂烷 Lauryl chloride结构式  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_2\text{Cl}$ 分子式  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{Cl}$ 

分子量 204.78

理化性质 无色透明液体。不溶于水; 溶于苯; 易溶于乙醇; 能与丙酮, 四氯化碳和石油醚相混溶。沸点  $260^\circ\text{C}$ ;  $126.4^\circ\text{C}/10\text{mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{20} 0.8682$ 。折光率  $n_D^{20} 1.4433$ 。

合成方法<sup>(1), (2)</sup>

取 500mL 克氏烧瓶, 装上回流冷凝器和滴液漏斗 (冷凝器的顶端装氯化钙干燥管)。烧瓶的侧臂用一小节门堵住。整套仪器要装成与支管呈  $120^\circ$  角。

在烧瓶中放置 186.3g (1mol) 正十二醇和 79g (1mol) 纯吡啶。在摇动下, 从滴液漏斗加入 476g (4mol) 重蒸过的二氯亚砷, 需 4~5 小时。

加料毕, 回流 5~7 小时。撤除冷凝器, 滴液漏斗和侧臂上的节门。改成蒸馏装置。先常压回收未反应的二氯亚砷, 再减压 (10mmHg) 蒸馏, 收集  $130^\circ\text{C}$  以下的馏分。将它同等体积的浓硫酸移入 250mL 圆底烧瓶中。回流 1~1.5 小时。冷至室温。分出上层有机相, 依次用 100mL 水、50mL 10% 碳酸钠溶液和 100mL 水洗两次。用无水硫酸钠干燥后, 移入 250mL 克氏烧瓶减压蒸馏, 收集  $125\sim 127^\circ\text{C}/10\text{mmHg}$  的馏分为成品。产量 123~144g, 产率 60~70%。

用途 用于表面活性剂制备。作增塑剂。并用于有机合成。

安全与贮存 氯化烃都有不同程度的毒性, 主要是对神经系统的障碍。低沸点 (低碳) 的氯

化烃对中枢神经呈现麻痹作用,引起震颤继而麻醉,长时间吸入会引起神经障碍。高沸点的高碳化合物毒性较低,如氯化石蜡  $C_{25}H_{45}Cl_7$  就没有毒性。本品遇高温高热能分解,由于不完全燃烧而生成光气,应避火密封贮存。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel: *J. Am. Chem. Soc.*, 638(1943).  
[2] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 385, 1978.

## 溴 代 十 二 烷

I-2(1)-0028

### 1-Bromododecane

别名 正十二烷基溴 *n*-Dodecyl bromide; 月桂基溴, 溴化月桂烷 Lauryl bromide

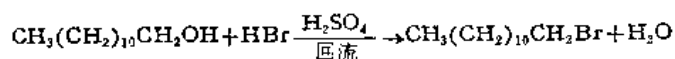
结构式  $CH_3(CH_2)_{10}CH_2Br$

分子式  $C_{12}H_{25}Br$

分子量 249.23

理化性质 无色液体。不溶于水,溶于乙醇、乙醚,能与丙酮相混溶。熔点  $-9.5^\circ C$ 。沸点  $276^\circ C$ ;  $139^\circ C/10\text{mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{20} 1.0399$ 。折光率  $n_D^{20} 1.4583$ 。闪点  $110^\circ C$ 。

合成方法<sup>[1-3]</sup>



在250mL圆底烧瓶中放置70g(0.42mol)48%氢溴酸、22g(12mL)浓硫酸。加入40g(0.22mol)正十二醇(188~129°C/110mmHg的馏分)。装上回流冷凝器,加热回流5~6小时后,用水将反应混合物稀释。分出有机相,先后用水和5%碳酸钠溶液洗涤(水洗应彻底,以免加碳酸钠溶液时产生大量泡沫)。以无水氯化钙干燥。减压蒸馏,收集175~180°C/45mmHg的馏分为成品。产量49g,产率91%。亦可采用十二醇与赤磷、溴制备<sup>[2]</sup>。

用途 用作溶剂;用于有机合成。

安全与贮存 有机溴化物比氯化物的刺激性和毒性都大,本品在长时期吸入后能引起神经障碍。高沸点的高碳溴化物毒性较低。同时要防止遇明火,能燃烧分解成毒性气体,应避火密封贮存。

### 参 考 文 献

- [1] Henry Gilman: "Organic Syntheses", Coll. Vol. I, 2nd ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 25, 1955.  
[2] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 391, 1978.  
[3] A. H. Blatt: "Organic Syntheses", Coll. Vol. II, 1st ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 246, 1955.

## 氯 代 十 四 烷

I-2(1)-0029

### 1-Chlorotetradecane

别名 肉豆蔻基氯 Myristyl chloride

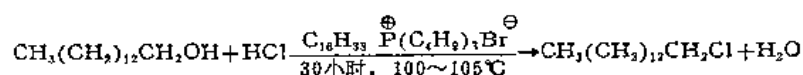
结构式  $CH_3(CH_2)_{12}CH_2Cl$

分子式  $C_{14}H_{29}Cl$

分子量 232.84

理化性质 无色透明液体。不溶于水,溶于乙醇,三氯甲烷,易溶于丙酮和苯。熔点  $4.9^\circ C$ 。沸点  $292^\circ C$ ;  $153^\circ C/10\text{mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{20} 0.8665$ 。折光率  $n_D^{20} 1.4473$ 。

**合成方法** 与氯代十六烷(I-2(1)-0030)的合成法相同,只是用115.8g(0.54mol)正十四醇(凝固点35.8~37.2℃)代替130.9(0.54mol)正十六醇。



最后,减压蒸馏,收集152~155℃/10mmHg的馏分为成品。产量114.4g,产率91%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 见氯代十二烷(I-2(1)-0027)。

### 氯代十六烷

I-2(1)-0030

#### 1-Chlorohexadecane

**别名** 正十六烷基氯 *n*-Hexadecyl chloride; 鲸蜡基氯, 氯代鲸蜡烷 Cetyl chloride

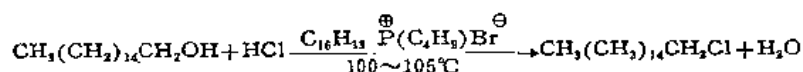
**结构式**  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_2\text{Cl}$

**分子式**  $\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{Cl}$

**分子量** 260.89

**理化性质** 无色透明液体。不溶于水;能与一般有机溶剂相混溶。熔点17.9℃。沸点322℃, 177℃/10mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 0.8652。折光率 $n_D^{20}$ 1.4505。

**合成方法**



将130.9g(0.54mol)正十六醇(46~48℃熔化)、220mL(2.7mol)浓盐酸和27.2g(0.054mol)十六烷基三丁基溴化磷放入1L三颈烧瓶中。装上电搅拌器、回流冷凝器和温度计。

把混合物在100~105℃搅拌加热30小时。冷至室温。分出有机相,用10%碳酸钠在饱和氯化钠溶液中的溶液洗几次。以无水氯化钙干燥。减压蒸馏,收集185~188℃/17mmHg的馏分为成品。产量118.7g,产率91%。

**用途** 用于有机合成;制造表面活性剂。

**安全与贮存** 见氯代十二烷(I-2(1)-0027)。

### 溴代十六烷

I-2(1)-0031

#### 1-Bromohexadecane

**别名** 正十六烷基溴 *n*-Hexadecyl bromide; 鲸蜡基溴, 溴代鲸蜡烷 Cetyl bromide

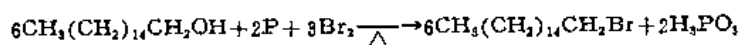
**结构式**  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_2\text{Br}$

**分子式**  $\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{Br}$

**分子量** 305.34

**理化性质** 深黄色液体。不溶于水;能与乙醇,乙醚相混溶。熔点17~19℃。沸点336℃, 188℃/10mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 0.9991。折光率 $n_D^{20}$ 1.4618。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



将121g(0.5mol)正十六醇(熔点48℃)、3.41g(0.11mol)赤磷置于500mL三颈烧瓶中。装上电搅拌器、温度计、滴液漏斗和回流冷凝器。加热混合物至250℃,在强烈搅拌下,

从滴液漏斗滴加（控制到液面上只有少量溴蒸气）44g(0.275mol) 溴。

加溴完毕，冷却混合物至室温。以水稀释。加入100mL 乙醚。滤除过量的赤磷。分出醚层，依次用10%硫代硫酸钠溶液和水洗涤。以无水碳酸钾干燥。在水浴上蒸除乙醚后，减压蒸馏，收集202~203℃/21mmHg的馏分为成品。在14℃熔化。

**用途** 用于有机合成；制造去污剂。

**安全与贮存** 同溴代十二烷（I-2(1)-0028）。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 391, 1978.

### 碘代十六烷

I-2(1)-0032

#### 1-Iodohectadecane

**别名** 正十六烷基碘 *n*-Hexadecyl iodide; 鲸蜡基碘, 碘代鲸蜡烷 Cetyl iodide

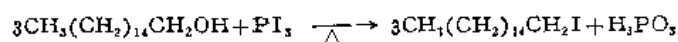
**结构式**  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_2\text{I}$

**分子式**  $\text{C}_{15}\text{H}_{33}\text{I}$

**分子量** 352.34

**理化性质** 无色或浅黄色片状结晶；无色到浅黄色液体。不溶于水；微溶于乙醇；溶于乙醚、丙酮；易溶于三氯甲烷；能与苯相混溶。熔点24.7℃。沸点357℃；202℃/10mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.1257。折光率 $n_D^{20}$ 1.4818。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在2L三颈烧瓶中，放置242g(1mol) 正十六醇（48~49℃ 熔化）、10g(0.32mol) 赤磷和134g(1.06mol) 碘。将烧瓶置油浴中加热至醇熔化。装上电搅拌器和回流冷凝器。把反应混合物在145~156℃（浴温）搅拌5小时。冷至室温。用乙醚（250mL，125mL，125mL）提取三次。合并提取液。滤除赤磷，依次用500mL冰水，250mL5% 氢氧化钠溶液和500mL冰水洗涤。乙醚液用无水氯化钙干燥。在水浴上蒸除乙醚后，减压蒸馏，收集220~225℃/22mmHg的馏分。产量300g，产率85%。在18~20℃ 熔化。重蒸（220~223℃/22mmHg）得到275g产品，产率78%，在20~22℃ 熔化。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 一般碘化烃比氯化烃，溴化烃毒性强。对中枢神经引起兴奋作用，也能引起碘的过敏症及变态反应症。本品高沸点的高碳化合物毒性低，但若遇明火能燃烧分解出毒性气体，应避火密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] A. H. Blatt: "Organic Syntheses", Coll. Vol. II, 1st ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 322, 1955.

### 溴代十八烷

I-2(1)-0033

#### 1-Bromooctadecane

**别名** 正十八烷基溴 *n*-Octadecyl bromide

**结构式**  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_2\text{Br}$

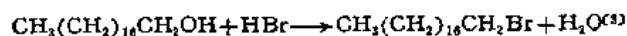
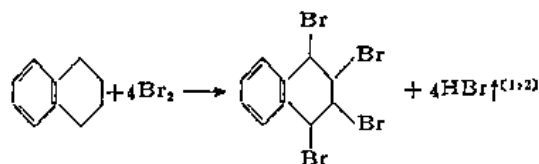
**分子式**  $\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{Br}$

**分子量** 333.39



**理化性质** 低熔点结晶。见光分解。不溶于水，溶于乙醇、乙醚、乙酸乙酯和石油醚。熔点28.2℃。沸点210℃/10mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 0.9848。折光率 $n_D^{20}$ 1.4631。

**合成方法**<sup>[1,2,3]</sup>



在装有温度计和导气管（直通瓶底）的500mL支管蒸馏瓶中，放置270.5g(1mol)正十八醇（209~211℃/15mmHg的馏分）。另在150mL锥形瓶中放置75mL水，把应接管的一端浸入水里，另一端与蒸馏瓶的支管相连。把醇加热到100℃后，通入干燥的溴化氢<sup>①</sup>（调节加溴速度，使通溴化氢的时间不少于1.5小时）。温度保持在100~120℃，直到溶液不再吸收为止。

把粗制的溴化物和可能带入锥形瓶的产物合并在一起，转入分液漏斗。分出有机相，加其体积1/3的浓硫酸一起摇荡。分去下层酸液。把剩下下来的溴化物与等体积的90%甲醇混合，加入氨水间歇地摇荡，直加到溶液呈碱性。分出有机相，以等体积90%甲醇洗一次。用无水氯化钙干燥。减压蒸馏，收集209~211℃/10mmHg的馏分为成品。产量300g，产率90%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 见溴代十二烷（I-2(1)-0028），并应避光密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 248, 1978.
- [2] 何泽人编译:《无机制备化学手册》，上册，增订第二版，燃料化学工业出版社，173, 1972。
- [3] A. H. Blatt: "Organic Syntheses", Cou. Vol. II, 1st ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 246, 1955.

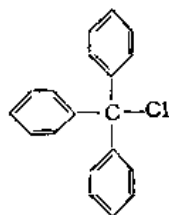
## 三苯基氯甲烷

I-2(1)-0034

### Triphenylchloromethane

**别名** 三苯甲基氯 Triphenylmethyl chloride, Trityl chloride

**结构式**



**分子式**  $\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{Cl}$

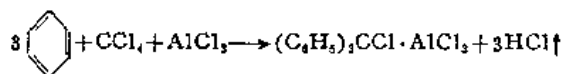
**分子量** 278.78

**理化性质** 无色或浅黄色粉末或结晶。露置空气中易分解。不溶于水，微溶于乙醇，易溶

① 将180mL用无水硫酸钠或硫酸镁干燥，并重蒸过（沸点207℃）的四氢萘置于一个装有滴液漏斗和导气管的500mL磨口烧瓶（内放一些干纯铁屑）中，从滴液漏斗加入319.6g(2mol)溴（分析纯）。若反应过烈，用水浴冷却烧瓶。待反应平缓后，将水浴加热到30~40℃。产生的溴化氢经盛有干燥的四氢萘的洗涤瓶，除去其中的少量游离溴后，通入待溴化的醇中。

于乙醚、苯、二硫化碳、三氯甲烷和四氯化碳。沸点  $310^{\circ}\text{C}$ ;  $230\sim 235^{\circ}\text{C}/20\text{ mmHg}$ 。熔点  $113\sim 114^{\circ}\text{C}$ 。

#### 合成方法<sup>(1)</sup>



在1L三颈烧瓶中放置400g(460mL, 5.12mol)无水、无噻吩的苯和160g(94mL, 1.04mol)无水、无硫的四氯化碳。将烧瓶浸入冰浴中。装上电搅拌器和回流冷凝器(其上口与吸收氯化氢的装置相连)。在搅拌下从第三瓶口快速地分次加入120g(0.902mol)新鲜的无水氯化铝粉末。加的速度以无回流为宜。每加一次后都要用塞子把瓶口塞紧。加完氯化铝10~15分钟后, 撤除冰浴, 让反应继续进行。不再放热时, 将混合物回流至氯化氢平缓地释出为止。冷却混合物至室温。

将3L烧杯置冰浴中, 装强力电搅拌器和温度计。放入200mL不含噻吩的苯和400mL 6N盐酸。在剧烈搅拌下将上述反应混合物分次加入。控温在  $25^{\circ}\text{C}$  以下。加完后用少量水涮洗烧瓶, 将涮洗液加到水解混合物中, 继续搅拌5~10分钟。倾出苯层。水层用200mL冰水稀释, 并以100mL苯提取一次, 将合并后的苯溶液用50mL冰冷却过的6N盐酸洗涤。分除水层后以无水氯化钙干燥。

把干燥好的苯溶液滤出, 转入1L支管烧瓶中。装上温度计(距瓶底约5cm)。常压回收苯至剩余物的温度达  $120^{\circ}\text{C}$  为止。用10mL无水苯将剩余物转移到500mL锥形瓶中。冷至  $40^{\circ}\text{C}$  左右, 加入5mL乙酰氯, 加热至近沸。剧烈摇动锥形瓶并迅速冷至室温。再置冰浴中冷却1~1.5小时。吸滤。结晶以石油醚( $70\sim 90^{\circ}\text{C}$ 的馏分)洗涤( $3\times 60\text{mL}$ )。得第一批结晶。于真空干燥器中放置24小时。

分别蒸馏滤液和洗液, 直到温度分别达  $110^{\circ}\text{C}$  和  $100^{\circ}\text{C}$  为止。边摇边迅速冷却, 可得第二批结晶。质量略差。

第一批产品呈浅绿黄色, 重174~188g, 产率69~75%。熔点  $111\sim 112^{\circ}\text{C}$ 。

两批产品总计212~217g, 产率84~86%。

**用途** 用作测定伯醇的试剂; 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品有毒性, 并有腐蚀性。遇光分解, 应避光密封保存。

#### 参 考 文 献

- [1] E. C. Horning; "Organic Syntheses", Coll. Vol. III, 1st ed., University of Missouri, U. S. A., 841, 1955.

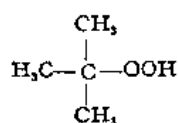
#### 叔丁基过氧化氢

1-2(1)-0035

*tert*-Butyl hydroperoxide

**别名** 过氧化氢叔丁基

**结构式**

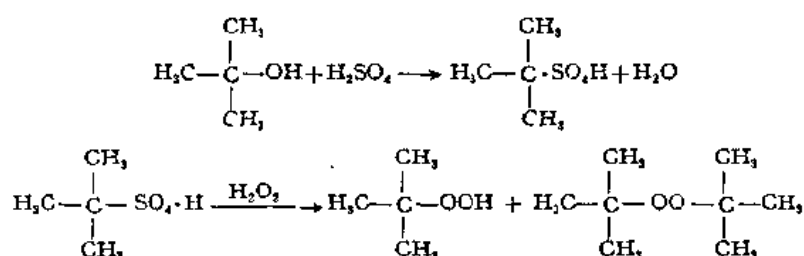


**分子式**  $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$

**分子量** 90.12

**理化性质** 黄色液体。不溶于水，能与乙醇、乙醚等有机溶剂相混溶。在75℃以下稳定。熔点-8℃。沸点35℃/20mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 0.896。折光率 $n_D^{20}$ 1.4007。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



在装有搅拌器、温度计的1L三颈烧瓶中，放入140g(1mol)70%的硫酸，置冰浴中冷却，在5℃以下，加入74g(1mol)叔丁醇，生成硫酸氢叔丁酯。不断搅拌并保持温度0~5℃，慢慢加入126g(1mol)27%的过氧化氢溶液，约用30分钟。然后移去冰浴，于室温下静置过夜。反应混合物分为两层。分出有机层，并用悬浮于10mL水中的碳酸镁中和。再用20mL水洗，用无水硫酸镁干燥。得粗品70.5g，其中约含66%的叔丁基过氧化氢和34%的过氧化二叔丁基。

如果将上述硫酸氢叔丁酯冷至0℃，加到30%的过氧化氢溶液中，并保持温度0~5℃。可得粗品69g，其中含叔丁基过氧化氢约75.5%，过氧化二叔丁基24.5%。

粗品可在低温下用碱溶液萃取以分离提纯。叔丁基过氧化氢可用30%的氢氧化钠溶液萃取，温度保持10~15℃。然后将萃取液在保持低温下用稀硫酸酸化，可复得叔丁基过氧化氢纯品。损失很小。

**用途** 用作聚合反应的催化剂。取代基反应中用作过氧化基团引入剂。

**安全与贮存** 本品为一级有机氧化剂。高温时易爆炸。应与还原物隔离，置阴凉处密封贮存。

## 参 考 文 献

[1] Nicholas A. Milas and Douglas M. Surgenor: *J. Am. Chem. Soc.*, 68, 205~208(1946).

[2] *C. A.*, 40, 2106(1946).

## 过氧化二叔丁烷

I-2(1)-0036

### Di-tert-butyl peroxide

**别名** 过氧化二叔丁基；过氧化二叔丁酯；DTBP

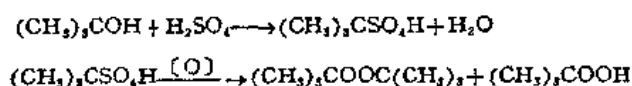
**结构式**  $(\text{CH}_3)_3\text{COOC}(\text{CH}_3)_3$

**分子式**  $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}_2$

**分子量** 146.23

**理化性质** 无色液体。不溶于水，能与苯、石油醚等有机溶剂相混溶。熔点-40℃。沸点111℃；70℃/197mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 0.794。折光率 $n_D^{20}$ 1.38%。有强氧化性。

**合成方法**<sup>[1,2]</sup>



在装有机械搅拌器，滴液漏斗和温度计的2L三颈圆底烧瓶中，加入222g(3mol)叔丁醇和140g(1mol)70%的硫酸。于冰盐浴中冷却至-2~-8℃。在激烈搅拌下，经90分钟滴加入126g(1mol)27%过氧化氢和400g(4mol)浓硫酸，加完后继续搅拌3小时。分出油层，用

60mL水洗,再用(3×60mL)30%氢氧化钠溶液洗(此步除去叔丁基过氧化氢),最后用15mL水洗共洗三次。然后,加硫酸镁干燥,过滤清亮,即为成品。

**用途** 用作塑料聚合催化剂和柴油点火促进剂,用于有机合成。

**安全与贮存** 本品为强氧化剂,与还原剂接触或受冲击会爆炸。闪点为65°F(18°C)(开杯)。易燃,其蒸气和空气混合成爆炸混合物。本品刺激眼睛、皮肤和呼吸道,应避光,密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] Heinz Becker et al.; "Organicum Practical Handbook and Organic Chemistry". English translation by B. J. Hazzard, 1st ed., Pergamon Press Ltd., 673, 1973  
[2] N. A. Milas and D. Surgenor; *J. Am. Chem. Soc.*, 68, 205 (1946).

### 硝 基 甲 烷

I-2(1)-0037

Nitromethane

**别名** Nitro Carbol

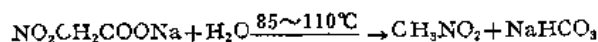
**结构式**  $\text{CH}_3\text{NO}_2$

**分子式**  $\text{CH}_3\text{NO}_2$

**分子量** 61.04

**理化性质** 稍有不愉快气味的无色油状液体。微溶于水;溶于乙醇、乙醚、二甲基甲酰胺和苛性碱溶液。其水溶液呈弱酸性。其钠盐遇水能爆炸起火。熔点-29°C。沸点100.8°C, 46.6°C/100mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.1371。折光率 $n_D^{20}$ 1.3817。闪点112°F(39°C)。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



将500g(5.3mol)氯乙酸和等重量的碎冰混合。分次加入已充分冷却的40%氢氧化钠溶液,直到混合物的pH值达8~9(约需300mL碱液)。温度控制在20°C以下。然后,将氯乙酸钠溶液与365g(5.3mol)亚硝酸钠和500mL水所配成的溶液置于3L圆底烧瓶中。摇匀并加热。瓶上装一双孔塞。一孔插温度计(伸至液面下);另一孔插一大口径弯管。管的另一端与高效冷凝器相连。慢慢加热溶液至二氧化碳气泡开始出现(80°C左右)。撤除热源,让反应自动进行。若温度不到85°C,则小心地加热。一旦到此值,就撤除热源。由于硝基乙酸钠分解放热,勿须继续加热,温度就可接近100°C。在90°C左右,硝基甲烷开始和水一起蒸出。

混合物的温度不能自动保持在95~100°C之间时,应小心地加热,直到温度升至110°C。随着硝基甲烷和水的蒸出,烧瓶中有相当多的氯化钠和碳酸钠析出,引起严重的崩沸。从馏出液中分出的水层和其重量1/4的氯化钠混合,重新蒸馏,还能得到部分硝基甲烷。湿产物的总量为130~132mL。用适量无水氯化钙干燥。蒸馏,收集98~101°C的馏分为成品。产量111~122g,产率34~37%。

**用途** 为火箭燃料组分之一;用于有机合成;也可作溶剂。

**安全与贮存** 本品蒸气有毒,刺激眼睛与呼吸系统。口服会损害内脏。允许极限浓度100ppm(250mg/m<sup>3</sup>)。蒸气与空气形成爆炸性混合物,爆炸极限7.3%,高限不明。受强烈震动及高热,或遇苛性碱、氧化剂、胺类、三氯化铝和六甲基苯等,均能引起燃烧爆炸。用玻璃或金属容器盛装。远离火、热源,隔绝氧化剂、碱、胺和三氯化铝等,充氮密封存放于户外阴凉通风处。

**提纯方法** 将100g粗品溶于1560mL冰乙酸和350mL水组成的沸腾的混合物中,再加25g脱色炭一起煮沸数分钟,趁热过滤、冷却,晶体在布氏漏斗上用少量冷乙醇(95%)洗以除去乙酸,得产品216~240g。产率64~71%。熔点121.5~122.5℃。处理母液可得50~60g粗品。

**用途** 用于有机合成。

### 参 考 文 献

[1] A. H. Blatt: "Organic Syntheses", Coll. Vol. II, Queen's College, Flushing N. Y., 592, 1955.

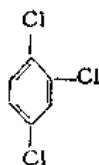
### 1,2,4-三氯苯

I-2(2)-0002

### 1,2,4-Trichlorobenzene

**别名** 不对称三氯苯 *unsym*-Trichlorobenzene

**结构式**

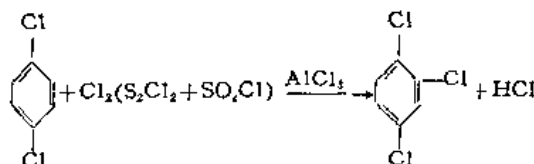


**分子式**  $C_6H_3Cl_3$

**分子量** 181.45

**理化性质** 无色液体。不溶于水;微溶于乙醇;能与乙醚、苯、石油醚、二硫化碳相混溶。熔点16.95℃。沸点213.5℃; 84.8℃/10mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.4542。折光率 $n_D^{20}$ 1.5717。闪点110℃。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在装有回流冷凝器的500mL圆底烧瓶中,加入147g对二氯苯和5g无水三氯化铝,置烧瓶于冷水浴中。一次加入146g氯化剂(73g氯化硫加到73g硫酰氯中所成的溶液)。若反应过猛,水浴中加冰冷却。反应混合物逐渐变成深棕色,对二氯苯全部溶于溶液中,加水煮沸,得油状物。分出油层约190g,分馏,收集212~213℃的馏分,得产品105g。凝固点为16℃。

**用途** 用于有机合成;用作润滑剂、杀虫剂、溶剂。

**安全与贮存** 本品有刺激性和毒性,尤其对眼睛。刺激肺与气管,严重者可致死。应密封贮存。

### 参 考 文 献

[1] O. Silberrad: J. Chem. Soc., 121, 1019(1922).

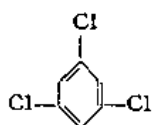
## 1,3,5-三氯苯

I-2(2)-0003

1,3,5-Trichlorobenzene

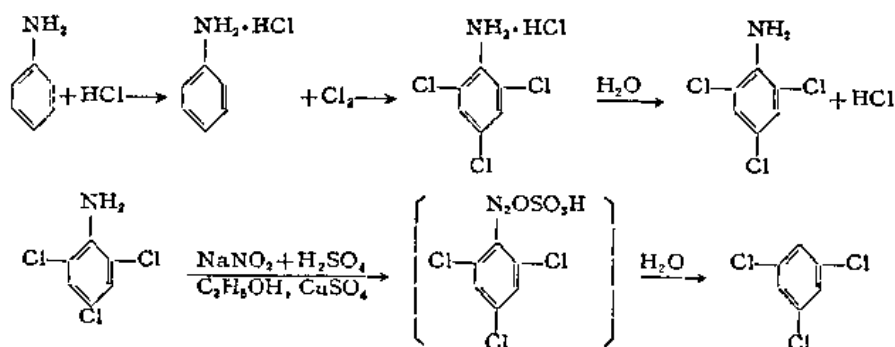
别名 对称三氯苯 *sym*-Trichlorobenzene

结构式

分子式  $C_6H_3Cl_3$ 

分子量 181.45

理化性质 无色针状结晶。有特殊气味。不溶于水；微溶于乙醇；易溶于乙醚和苯。熔点  $63\sim 64^\circ C$ 。沸点  $208.4^\circ C$ 。

合成方法<sup>[1]</sup>

1. 制备2,4,6-三氯苯胺 在装有气体导入管、温度计、回流冷凝器和机械搅拌器的1L三颈圆底烧瓶中,加入47g (0.5mol) 苯胺, 470g 三氯甲烷及3g无水乙醇。将烧瓶置于水浴上,在搅拌下于 $15\sim 20^\circ C$ 通入干燥的氯化氢气体,约需3小时,生成悬浊液;苯胺盐酸盐为白色结晶,母液为无色至淡红色。然后通入氯气,反应物慢慢变成黄色,并产生氯化氢。该氯化氢自回流冷凝器上端被导至吸收装置中。8小时后,停止通入氯气,继续搅拌1小时,析出结晶,滤出,用三氯甲烷洗涤,结晶于真空干燥器中干燥24小时,得粉末状物质。然后在一个3L烧杯中,加入1L水,在搅拌下慢慢加入上述所得粉末,加完后继续搅拌3小时进行分解。将分解产物滤出,水洗至无酸性,置于真空干燥器中干燥,得2,4,6-三氯苯胺67g,产率68%。为白色针状结晶。熔点 $77\sim 78^\circ C$ 。

2. 制备1,3,5-三氯苯 在装有温度计、回流冷凝器、滴液漏斗和机械搅拌器的1L三颈圆底烧瓶中,加入67g (0.34mol) 2,4,6-三氯苯胺,500mL 99%乙醇及5g结晶硫酸铜,再慢慢加入54mL (0.98mol) 98%硫酸。将烧瓶置于水浴上加热回流,小心分批加入48g (0.7mol) 亚硝酸钠。加完后继续回流1小时。冷却后把反应物慢慢地倒入3倍的水中,过滤,水洗,干燥。再用250mL乙醇加1g脱色炭进行重结晶,得无色针状结晶50~57g。产率80~92%。熔点 $63.5^\circ C$ 。

用途 用于有机合成,杀虫剂及染料合成。

安全与贮存 有毒。密封贮存。

## 参 考 文 献

[1] [日]有机合成化学协会:“有机化合物合成方法”,第十集,技报堂,109,1958。

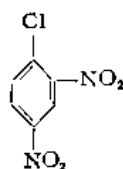
## 2,4-二硝基氯代苯

I-2(2)-0004

## 2,4-Dinitrochlorobenzene

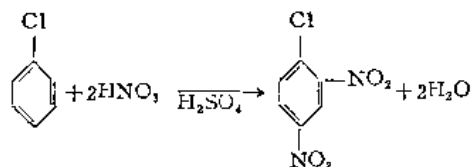
别名 4-氯-1,3-二硝基苯 4-Chloro-1,3-dinitrobenzene; 1-氯-2,4-二硝基苯  
1-chloro-2,4-dinitrobenzene

## 结构式

分子式  $C_6H_3ClN_2O_4$ 

分子量 202.56

理化性质 黄色菱形结晶。不溶于水,溶于乙醇和乙醚。熔点  $53.4^{\circ}\text{C}$ 。沸点  $315^{\circ}\text{C}$ 。有毒。

合成方法<sup>[1]</sup>

在装有一支几乎插到瓶底的  $200^{\circ}\text{C}$  温度计、电搅拌和一个滴液漏斗的 200mL 三颈烧瓶中,加入 75g 发烟硝酸(相对密度 1.5)。将烧瓶置通风橱中,从滴液漏斗缓缓滴加 20g (约 0.18mol) 氯代苯。滴入的氯代苯逐渐溶于酸中,必须注意使混合物的温度不超过  $55^{\circ}\text{C}$ ,必要时用冷水冷却。氯代苯加完后,在良好的搅拌下,将 92g 硫酸(相对密度 1.84)加至所生成的红色溶液中,此时混合物发热,析出二硝基氯代苯的黄色油状物。在水浴上加热 1 小时,并不断搅拌。然后将反应物倾入盛有碎冰的烧杯中,产物凝成固体。放置 2 小时后用布氏漏斗吸滤,用水洗涤至洗液呈中性。在滤纸上抽压干,加热溶解于乙醇中,过滤,滤液冷却后,即析出二硝基氯代苯结晶,凉干得 34g,产率 94%。

用途 用于蒽酸、蒽酰胺和其它吡啶化合物的测定;有机合成;染料制造。

安全与贮存 有毒。不得与皮肤接触。其蒸气不得吸入体内。密封保存。

## 参 考 文 献

[1] 韩广甸等编译:《有机制备化学手册》,上卷,化学工业出版社,165,1985。

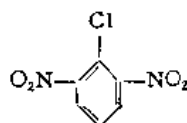
## 2,6-二硝基氯代苯

I-2(2)-0005

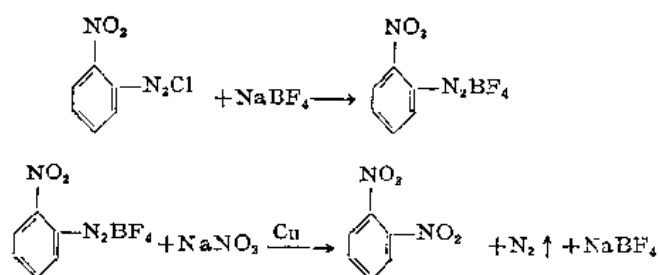
## 2,6-Dinitrochlorobenzene

别名 2-氯-1,3-二硝基苯 2-Chloro-1,3-dinitrobenzene

## 结构式

分子式  $C_6H_3ClN_2O_4$ 

分子量 202.56



在600mL烧杯中,将34g(0.25mol)邻硝基苯胺溶解在63ml浓盐酸和63ml水之混合液中。然后将混合物冷却至0~5℃,搅拌,则邻硝基苯胺盐酸盐成细小结晶析出,在搅拌下并在此温度滴加18g(0.26mol)亚硝酸钠溶于40mL水的溶液,终点用淀粉-碘化钾试纸试验。在反应过程中温度始终不能超过5~7℃,在搅拌下将40g氟硼酸钠溶于80mL水之溶液加入其中,然后再搅拌10分钟,过滤出邻硝基苯氟硼酸重氮盐,立即用25mL冷的5%氟硼酸钠溶液洗一次,然后再以15mL甲醇洗两次,最后用乙醚冲洗几次,得邻硝基苯氟硼酸重氮盐约50g。纯品熔化并同时分解的温度为135℃。

在2L烧杯中溶解200g亚硝酸钠于400mL水中,在搅拌下加入40g铜粉。将邻硝基苯氟硼酸重氮盐悬浮于约200mL水中,并缓慢加至搅拌着的混合物中,然后水蒸汽蒸馏至蒸馏液约5L,冷却蒸馏液,过滤出结晶,空气干燥,得浅黄色邻二硝基苯。熔点116℃。重量29g,产率69%。用乙醇重结晶。熔点116.5℃。

**用途** 用于有机合成,染料中间体。

**安全与贮存** 本品有毒,主要从皮肤吸收能引起慢性中毒。本品经强烈摩擦或遇明火易爆炸,并分解为有毒气体。贮运时应避免震动并远离火源。

### 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 707, 1978.

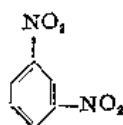
### 间 二 硝 基 苯

I-2(2)-0007

#### *m*-Dinitrobenzene

**别名** 1,3-二硝基苯 1,3-Dinitrobenzene

**结构式**

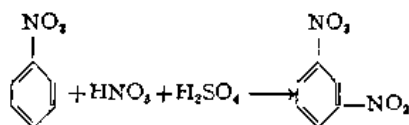


**分子式**  $\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_4$

**分子量** 168.11

**理化性质** 浅黄色结晶。能随水蒸汽挥发。微溶于水;溶于甲醇、乙醇、苯、三氯甲烷和乙酸乙酯;易溶于丙酮。熔点90.02℃。沸点291℃/756 mmHg; 167℃/14mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.575。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在500mL圆底烧瓶中将37.5g(21mL)浓硫酸和22.5g(15mL)发烟硝酸(相对密度1.5)



乙醚来破坏泡沫。加完重氮盐反应即完成。过滤结晶,水洗,用稀氢氧化钠洗二次,再用水洗。于110℃干燥。磨成粉末后,用沸腾苯提取三次。于水浴上蒸出苯。将剩余物从120~150mL沸腾的冰乙酸中结晶,得红黄色结晶。熔点172~173℃。产量28~34.5g,产率67~82%。从乙醇中重结可得淡黄色晶体。173℃熔化。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品有类似硝基苯的毒性。由于挥发性小,吸入中毒情况少,而从皮肤吸收快。操作人员应禁止饮酒,因醇存在能使体内吸收能力增强。工作场所最高允许浓度1mg/m<sup>3</sup>。本品经强烈震动或遇明火易爆炸。应避免撞击,并隔离火源,密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] A. H. Blatt; "Organic Syntheses", Coll. Vol. II, 1st. ed, Queen's College, Flushing, N. Y., 225, 1955.

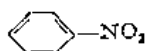
## 硝 基 苯

I-2(2)-0009

### Nitrobenzene

**别名** Nitrobenzol; 苦杏仁油; 密班油 Oil of mirbane; Essence of mirbane

**结构式**

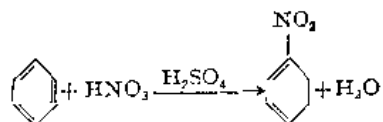


**分子式** C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub>

**分子量** 123.11

**理化性质** 无色或苍黄色油状液体。有杏仁味。能随水蒸汽挥发。微溶于水;易溶于乙醇、乙醚、丙酮、苯。熔点5.7℃。沸点210.8℃。相对密度  $d_4^{20}$  1.2037。折光率  $n_D^{20}$  1.5562。闪点89℃。易吸潮。

**合成方法** <sup>[1]</sup>



于500mL圆底烧瓶中,放入50g(35mL 0.5mol)浓硝酸,在冷却并振荡下分次加入74g(40mL)浓硫酸,然后在充分振荡下分次加入26g(30mL 0.33mol)苯,每次加2~3mL,混匀。反应温度不得超过55℃,必要时用冰浴冷却。苯加完后,装上回流冷凝器,于水浴上加热至60℃,保温40~45分钟。此时应不时地从水浴移开烧瓶急振以保证不相溶的两层很好地混合。保温后将混合物倒入盛有500mL冷水的烧杯中,充分搅匀后静置,分层。先倾除上层酸液,将剩余物移至分液漏斗中,再弃去上面水层。将硝基苯倒回分液漏斗中,用50mL水振摇洗涤,再将它从分液漏斗中,倒入盛有5g无水氯化钙的烧瓶中干燥。如经振摇后,硝基苯仍不清亮,置水浴上温热短时雾状消失,冷却,滤至一个装有空气冷凝器的蒸馏瓶中,蒸馏取206~211℃的馏分。注意不要蒸干,勿超过214℃。以免引起爆炸。产量35g,沸点210℃。

**提纯方法** <sup>[2]</sup> 粗品可经氢氧化钠水溶液、水、稀盐酸和水,依次洗涤后,用无水氯化钙或无水硫酸镁干燥,进行减压分馏得纯品。沸点210℃。

**用途** 用于有机合成,染料中间体。

**安全与贮存** 本品有毒。吸入其蒸气能引起急性中毒,症状:麻醉,突然昏厥,长时间

吸入稀薄蒸气, 会引起血液变化, 脸色苍白, 鼻、唇、齿、指尖灰白等。家兔口服 LD700 mg/kg。易燃, 易吸潮。应置阴凉、通风处, 远离火源, 盛于棕色瓶中密封贮存。开封后, 贮存处应放干燥剂。

### 参 考 文 献

- [1] Athur I. Vogel; "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 624, 1978.  
[2] D. D. Perrin et al.; "Purification of Laboratory Chemicals", 2nd ed., Pergamon Press, N. Y., 356, 1980.

### 邻 溴 硝 基 苯

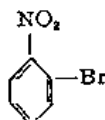
I-2(2)-0010

#### *o*-Bromonitrobenzene

别名 邻硝基溴苯 *o*-Nitro-bromobenzene;

1-溴-2-硝基苯 1-Bromo-2-nitrobenzene

结构式

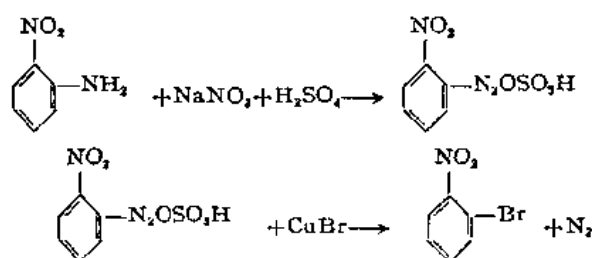


分子式  $C_6H_4BrNO_2$

分子量 202.01

理化性质 浅黄色针状结晶。不溶于水, 易溶于乙醇, 溶于乙醚和苯。熔点  $43^\circ\text{C}$ 。沸点  $261^\circ\text{C}$ 。相对密度  $d_4^{20}$  1.6245。有毒。

合成方法<sup>[1]</sup>



1. 制备溴化亚铜溶液 在装有回流冷凝器的1L圆底烧瓶中, 加入27g结晶硫酸铜, 8g铜屑, 75g结晶溴化钠, 13g浓硫酸和450mL水, 加热回流3~4小时至溶液变黄, 否则加少许亚硫酸氢钠使之还原完全。

2. 制备重氮盐 在装有机械搅拌器、温度计和分液漏斗的1L三颈圆底烧瓶中, 加入30g邻硝基苯胺, 250g冰, 45g浓硫酸, 稍加热搅拌至完全溶解。将烧瓶置于冰浴中冷却至  $0\sim5^\circ\text{C}$ 。加入100g碎冰, 在搅拌下慢慢加入15g亚硝酸钠溶于30mL水的溶液, 至溶液对淀粉碘化钾试纸变蓝。

将所得的透明重氮盐溶液, 在搅拌下慢慢加入到已加热至  $40^\circ\text{C}$  的溴化亚铜溶液中。冷却后用乙醚萃取, 乙醚萃取液用氢氧化钠溶液、盐酸溶液及水洗涤, 回收乙醚后, 得产品30~31g, 产率68~70%。熔点  $43^\circ\text{C}$ 。

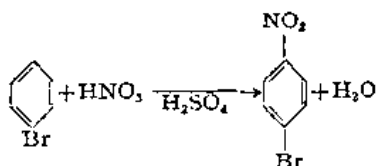
用途 用于有机合成。

### 参 考 文 献

- [1] 山田桂辅; "有机合成化学ハンド・ブック", 兴学馆, 210, 1958.

**理化性质** 无色斜方形棱柱状结晶。不溶于水；溶于乙醇、乙醚和苯。熔点 127℃。沸点 256℃。相对密度 1.948。有毒。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



在 250mL 圆底烧瓶中，配制 28.5g (20mL) 浓硝酸和 37g (20mL) 浓硫酸混合物，冷至室温。然后在烧瓶上装一回流冷凝器、机械搅拌器、分液漏斗。在搅拌下由分液漏斗慢慢加入 16g (10.5mL) 溴代苯，每次加入 2~3mL，15 分钟内加完（整个过程中要激烈搅拌，将烧瓶用冷水冷却）。反应温度不得超过 50~60℃。当温度不再因反应放热而升高时，将烧瓶在沸水浴中加热 30 分钟。冷至室温后，在搅拌下将反应混合物加至 200mL 冷水中。把对溴硝基苯滤出，水洗，尽量抽干，用 100mL 甲醇进行重结晶，得产品 14g。熔点 125℃。产率 70%。

**用途** 用于有机合成，染料中间体。

**安全与贮存** 有毒，避光、密封保存。

### 参 考 文 献

[1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th. ed., London, 627, 1978.

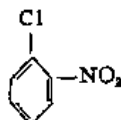
### 邻 硝 基 氯 苯

I-2(2)-0013

#### *o*-Nitrochlorobenzene

**别名** 邻氯硝基苯 *o*-Chloronitrobenzene, 1-氯-2-硝基苯 1-Chloro-2-nitrobenzene

**结构式**

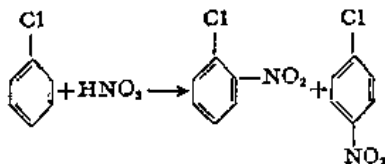


**分子式** C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>ClNO<sub>2</sub>

**分子量** 157.56

**理化性质** 浅黄色结晶。具有类似硝基苯的气味。不溶于水，溶于乙醇、乙醚和苯。熔点 35℃。沸点 246℃, 119℃/8mmHg。有毒。

**合成方法**<sup>[1]</sup>



参阅对硝基氯代苯的合成方法。本品是合成对硝基氯代苯时的副产物，可自提取对硝基氯代苯分出的油状物中制取。将其油状物用冰冷却使之结晶，滤出，然后进行分馏，收集 244~247℃ 的馏分，得产品 9g，产率 28%。熔点 33℃。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 有毒，且刺激皮肤，不得与皮肤接触，密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕 韩广甸等编译:《有机制备化学手册》,上卷,化学工业出版社,164,1985。

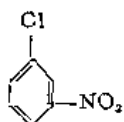
## 间 硝 基 氯 苯

I-2(2)-0014

*m*-Nitrochlorobenzene

别名 间氯硝基苯 *m*-Chloronitrobenzene; 1-氯-3-硝基苯 1-Chloro-3-nitrobenzene

结构式

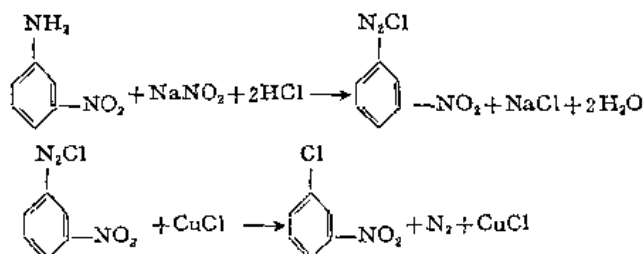


分子式  $C_6H_4ClNO_2$

分子量 157.56

理化性质 浅黄色结晶。不溶于水,溶于乙醇、乙醚、苯和二硫化碳;易溶于热乙醇。熔点  $46^\circ\text{C}$ 。沸点  $236^\circ\text{C}$ ;  $117^\circ\text{C}/12\text{mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{20}$  1.343。折光率  $n_D^{20}$  1.5374。有毒。

合成方法<sup>〔1〕</sup>



制备氯化亚铜:在10L圆底烧杯中,加入1200g(4.8mol)结晶硫酸铜,400g(6.9mol)氯化钠及4L水。热至  $60\sim 70^\circ\text{C}$  时,搅拌下全部溶解。再加入200g(1.7~1.8mol)90~95%的亚硫酸氢钠,搅匀,即产生白色氯化亚铜沉淀。滤出沉淀,并尽快吹干。然后在一个15L烧瓶中把上述沉淀悬浮于2L水和1.5L浓盐酸的混合物中,备用。

在装有机械搅拌器、温度计和滴液漏斗的5L三颈圆底烧瓶中,加入552g(4mol)间硝基苯胺,500mL浓盐酸(相对密度1.19)和1L热水,搅拌溶解后,再加入1100mL浓盐酸。将烧瓶置于盐水浴中冷却,开始搅拌,降温至  $-1^\circ\text{C}$ 。然后滴加288g(4mol)亚硝酸钠溶于700mL水中的溶液进行重氮化,至对淀粉碘化钾试纸呈蓝色为止。约需1.5小时。过滤,滤液为浅黄色。将滤液在搅拌下,加到氯化亚铜悬浮液中,保持温度在  $25\sim 30^\circ\text{C}$  之间,此时有氮气冒出,并生成相当粘稠的沉淀。此沉淀以后转变为结晶。加滤液的时间约30分钟。

把混合物加热回流,至氮气不再放出为止。然后进行水蒸汽蒸馏,收集9~10L馏出液。在冰浴中冷却后,即析出结晶,倾去水层。结晶用1~2L  $50^\circ\text{C}$  的1%氢氧化钠溶液摇荡。再冷却,倾去浅黄色的碱液。抽滤,用冷水洗涤、干燥。再进行减压蒸馏,收集  $116\sim 117^\circ\text{C}/12\text{mmHg}$  馏分,得浅黄色固体430~450g,产率68~71%。熔点  $44\sim 45^\circ\text{C}$ 。

用途 用于有机合成,染料中间体。

安全与贮存 有毒。密封保存。

## 参 考 文 献

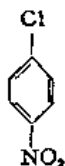
〔1〕 Henry Gilman: "Organic Syntheses", Coll. Vol. I, 2nd ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 162, 1955.

## 对硝基氯苯

I-2(2)-0015

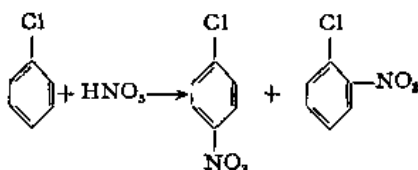
*p*-Nitrochlorobenzene

别名 对氯硝基苯 *p*-Chloronitrobenzene, 1-氯-4-硝基苯 1-Chloro-4-nitrobenzene  
结构式

分子式  $C_6H_4ClNO_2$ 

分子量 157.56

理化性质 黄色结晶。不溶于水；微溶于冷乙醇；溶于热乙醇、乙醚和二硫化碳。熔点  $83.6^\circ\text{C}$ 。沸点  $242^\circ\text{C}$ ； $113^\circ\text{C}/8\text{mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{20}$  1.2979。折光率  $n_D^{20}$  1.5376。有毒。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

在搅拌下，将15g浓硝酸（相对密度1.5）小心地缓缓加到内有22.5g(0.2mol)氯代苯的200mL烧杯中。混合物在冷处放置24小时，然后倾入冰中，即有对硝基氯代苯的结晶和油状的邻硝基氯代苯析出。用倾泻法分离出结晶，小心地用布氏漏斗吸滤，然后用乙醇重结晶，得棱柱状或薄片状结晶24g。产率67%。熔点 $85^\circ\text{C}$ 。沸点 $242^\circ\text{C}$ 。

用途 用于有机合成，染料中间体。

安全与贮存 本品有毒，且刺激皮肤，不得与皮肤接触，避光密封贮存。

## 参考文献

〔1〕 韩广甸等编译：《有机制备化学手册》，上卷，化学工业出版社，164，1985。

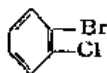
## 邻氯溴苯

I-2(2)-0016

*o*-Chlorobromobenzene

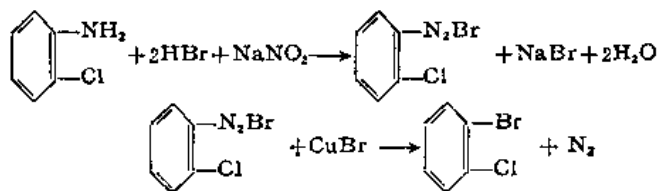
别名 1-溴-2-氯苯 1-Bromo-2-Chlorobenzene

结构式

分子式  $C_6H_4BrCl$ 

分子量 191.46

理化性质 无色液体。不溶于水；易溶于苯。熔点  $-12.3^\circ\text{C}$ 。沸点  $204^\circ\text{C}$ 。相对密度  $d_4^{20}$  1.6382。折光率  $n_D^{20}$  1.5809。

合成方法<sup>〔1〕</sup>

在置于冰浴的2L烧瓶中,加入127.5g(1mol)邻氯苯胺和300mL(2.5mol)48%的氢溴酸,加冰使其冷到0℃,在搅拌下迅速加进70g(1mol)亚硝酸钠与125mL水所配成的溶液,加冰使温度保持在10℃以下,当亚硝酸钠溶液只剩5mL时,用淀粉碘化钾试纸试应变蓝,说明有过量亚硝酸存在。同时,在装有蒸馏用的冷凝器并附带一个2L接受瓶及分液漏斗的5L三颈烧瓶中把79g(0.55mol)溴化亚铜和80mL(0.6mol)氢溴酸的混合物加热至沸。将四分之一左右的重氮盐溶液移进分液漏斗,立即加入沸腾的溴化亚铜-氢溴酸溶液里,加入的速度以维持沸腾为准。当分液漏斗将放空时,再将剩余的重氮盐溶液倒入分液漏斗中连续加入,全部加完约需30分钟。此时有部分产物随水汽蒸出。加完时,关闭分液漏斗的活塞,通入蒸汽进行水蒸汽蒸馏,约收集1~1.5L馏出物。

从馏出物中分离出重的有机层,用浓硫酸洗,每次用10mL,一般洗四次。然后用100mL水洗一次,用5%氢氧化钠水溶液洗二次,每次用50mL。最后用100mL水洗一次。产物用3g氯化钙干燥,并在250mL蒸馏瓶中进行蒸馏。收集199~201℃/742mmHg之馏分,产量170~183g,产率89~95%。

**用途** 用于有机合成,用作溶剂。

**安全与贮存** 本品有毒。应密封保存。

### 参 考 文 献

- [1] E. C. Horning: "Organic Syntheses", Coll. Vol. III, 1st ed., University of Missouri, U. S. A., 185, 1955.

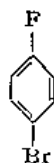
### 对 溴 氟 苯

I-2(2)-0017

#### *p*-Bromofluorobenzene

**别名** 4-溴氟代苯 4-Bromofluorobenzene

**结构式**

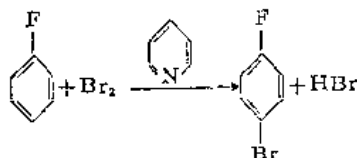


**分子式**  $C_6H_4BrF$

**分子量** 175.01

**理化性质** 无色透明液体。不溶于水;溶于乙醇、乙醚。熔点-8℃。沸点152℃/764mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.4946。折光率 $n_D^{20}$ 1.5604。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



在装有回流冷凝器及滴液漏斗的200mL二颈烧瓶中,加入72g(0.75mol)氟代苯和0.5g吡啶。在水浴上加热至沸。从滴液漏斗滴加干燥过的80g(0.5mol)溴,约需1.5小时加完(反应中产生的溴化氢用水吸收)。然后在水浴上加热2小时。冷却。加入100mL10%氢氧化钠溶液,用200mL乙醚萃取。萃取液加无水碳酸钾干燥。分馏。75~90℃的馏分为未反应的氟代苯(约20g)。148~151℃的馏分为对溴氟代苯,得59~64g。产率49%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品有刺激性。应密封贮存。

### 参 考 文 献

〔1〕〔日〕有机合成化学协会：“有机化合物合成法”，第十一集，技报堂，26，1959。

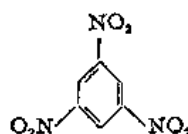
## 1,3,5-三硝基苯

I-2(2)-0018

### 1,3,5-Trinitrobenzene

**别名** 对称三硝基苯 *Sym*-Trinitrobenzene, TNB, Benzite

**结构式**

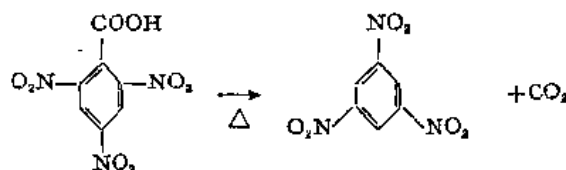


**分子式**  $C_6H_3N_3O_6$

**分子量** 213.11

**理化性质** 片状结晶。微溶于热水、乙醇及乙醚；溶于苯，易溶于丙酮。熔点 $121\sim 122^\circ\text{C}$ 。沸点 $315^\circ\text{C}$ ； $175^\circ\text{C}/2\text{mmHg}$ 。相对密度 $d_4^{25}1.4775$ 。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



在装有搅拌器的5L圆底烧瓶中，加入由360g(1.6mol)三硝基甲苯氧化所得的三硝基苯甲酸粗品<sup>〔2〕</sup>，与2L水在 $35^\circ\text{C}$ 下混合，在搅拌下加入15%氢氧化钠溶液至刚产生淡红色。然后加入1~2滴乙酸使颜色消失。滤除未作用的三硝基甲苯，把滤液移入5L烧瓶里，加入70mL冰乙酸，搅拌并温热混合物，此时三硝基苯成晶体析出，成泡沫浮在液面。约1.5小时后，气体停止释出；晶体被搅入溶体中。继续加热及搅拌45分钟后，冷却。滤出结晶。检验滤液中是否有未分解的三硝基苯甲酸：取样加入硫酸，若生成沉淀，则操作须继续。检验合格后，粗品用冰乙酸重结晶，得产品145~155g。产率43~46%。熔点为 $121\sim 122^\circ\text{C}$ 。

**用途** 用作炸药；用于有机合成。

**安全与贮存** 本品爆炸性强，不得撞击。并应密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 Henry Gilman, "Organic Syntheses", Coll. Vol. I, 2nd ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 541, 1956.

〔2〕 *Ibid*, 543.

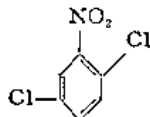
## 2,5-二氯硝基苯

I-2(2)-0019

2,5-Dichloro nitrobenzene

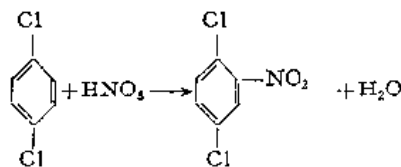
别名 2-硝基-1,4-二氯苯 2-Nitro-1,4-dichlorobenzene

结构式

分子式  $C_6H_3Cl_2NO_2$ 

分子量 192.00

理化性质 片状或棱形结晶。不溶于水，溶于热乙醇、乙醚和苯。熔点 $56^{\circ}\text{C}$ 。沸点 $267^{\circ}\text{C}$ 。相对密度 $d_4^{20}$  1.4390。

合成方法<sup>[1]</sup>

在200mL烧杯中，加入50mL相对密度1.48的硝酸，在搅拌下加入10.7g对二氯苯，20分钟后，倒入水中，即析出结晶，滤出。用乙醇重结晶，得产品12.5g，产率90%。

用途 用于有机合成。

安全与贮存 本品有毒，密封保存。

## 参 考 文 献

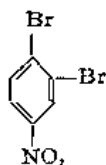
[1] Dunlop, Macrae and Tucker; *J. Chem. Soc.*, 1676(1934).

## 1,2-二溴-4-硝基苯

I-2(2)-0020

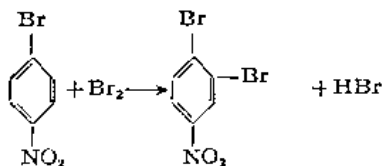
1,2-Dibromo-4-nitrobenzene

结构式

分子式  $C_6H_3Br_2NO_2$ 

分子量 280.91

理化性质 黄色针状或片状结晶。不溶于水；溶于乙醇、苯及乙酸。熔点 $58\sim 59^{\circ}\text{C}$ 。沸点 $296^{\circ}\text{C}$ ； $180^{\circ}\text{C}/20\text{mmHg}$ 。能随水蒸汽升华。相对密度 $d_4^{20}$  2.354。折光率 $n_D^{20}$  1.9835。

合成方法<sup>[1]</sup>

将14g对硝基溴代苯，4g升华的氯化亚铁以及用硫酸干燥过的11.2g溴素，封于封管内，



在90℃加热50小时。(注意安全,在毒气橱中进行)。反应后,冷至室温,把封管打开,此时有相当数量的溴化氢放出。反应生成物为红褐色粘稠状物质。将其倒入水中;充分水洗后,用90%乙醇重结晶,得黄色针状或片状结晶。产率90%。熔点59℃。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品有毒,应密封保存。

### 参 考 文 献

〔1〕 山田桂辅:“有机合成化学ハンド・ブック”,兴学馆,210,1958。

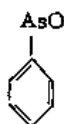
### 苯 砷 氧

I-2(2)-0021

#### Phenylarsenoxide

**别名** 苯基氧化砷 Phenylarsine oxide, 氧苯砷 Oxophenylarsine

**结构式**



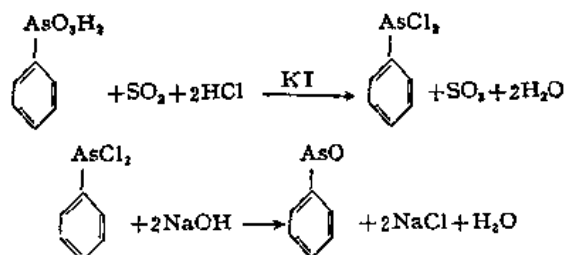
**分子式**  $C_6H_5AsO$

**分子量** 168.03

**理化性质** 结晶固体。不溶于水和乙醚;微溶于乙醇;易溶于三氯甲烷、热乙醇、热苯。

熔点144~146℃。

**合成方法**<sup>〔1,2〕</sup>



于装有机械搅拌器、插入瓶底的气体导入管、气体导出管的三颈烧瓶中,依次加入重量比为1:5:2的苯砷酸、甲醇、浓盐酸;然后加入少量(约0.1g)溶于少许水中的碘化钾。在搅拌下通入二氧化硫直至饱和为止。反应须在排风良好的毒气橱中进行。将反应混合物用水稀释,分层。将油状液层小心分离出,再加水倾泻洗涤,得油状中间体苯二氯砷(处理时应戴好防护用具,避免与人体接触,因此中间体具强糜烂性)。

将苯二氯砷移入装有搅拌器的烧瓶中,边搅拌边加入温热的10%氢氧化钠溶液,直至苯二氯砷全部溶解呈溶液状态。再用盐酸中和,使苯砷氧沉淀出。过滤,用水洗涤沉淀,干燥。产品产率80%。

**用途** 用作杀虫剂;用于有机合成。

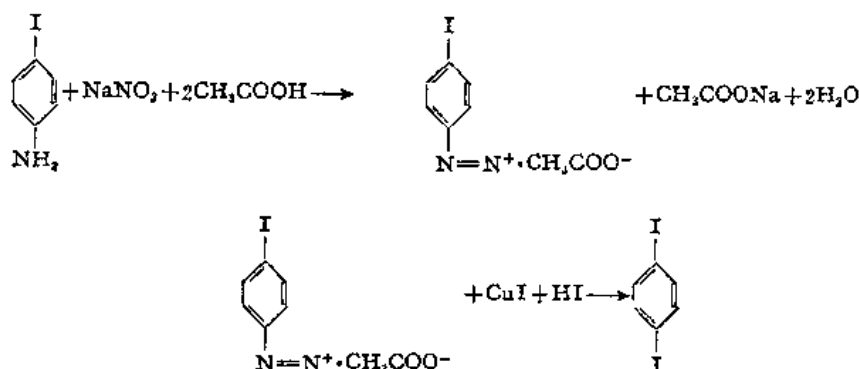
**安全与贮存** 本品剧毒,防止与皮肤接触。应密封妥善保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 D. A. Shirley: "Preparation of Organic Intermediates", John Wiley & Sons, N. Y., 249, 1951.  
〔2〕 Blicke and Smith: *J. Am. Chem. Soc.*, 51, 3481(1921).

沸点285℃ (升华)。

### 合成方法<sup>(1)</sup>



在装有电搅拌器、温度计和滴液漏斗的1L三颈烧瓶中，放入274g(0.125mol)对碘苯胺溶于250mL 50%乙酸的溶液。烧瓶外部用冰浴冷却至0℃，加入50g碎冰。在搅拌下，经滴液漏斗慢慢加入（到液面下）70mL 15%的亚硝酸钠溶液。加完后继续搅拌30分钟。在另一个2L烧杯中，加入23.8g(0.125mol)碘化亚铜与192g(1.5mol)碘氢酸及250mL水配成的溶液。烧瓶外部用冰浴冷却至0℃，再加入50g碎冰。在搅拌下，经滴液漏斗将重氮盐溶液慢慢加到亚铜盐溶液底部，温度不得高于5℃。加完后继续搅拌30分钟。将混合物放置过夜。然后进行水蒸汽蒸馏。冷后滤出结晶。依次用3%氢氧化钠溶液和水洗涤，抽干。用乙醇重结晶，得产品32g，产率78%。熔点128~130℃。亦可用对苯二胺盐酸盐重氮化，再与碘化钾反应制得<sup>(2)</sup>。

用途 用于有机合成。

安全与贮存 本品应避免光，密封贮存。

### 参 考 文 献

- [1] H. Shipley Fry; *J. Am. Chem. Soc.*, 48, 711(1926).  
 [2] H. A. J. Schoutissen; *J. Am. Chem. Soc.*, 55, 4539(1933).

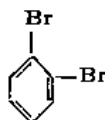
### 邻 二 溴 苯

I-2(2)-0024

*o*-Dibromobenzene

别名 1,2-二溴苯 1,2-Dibromobenzene

结构式

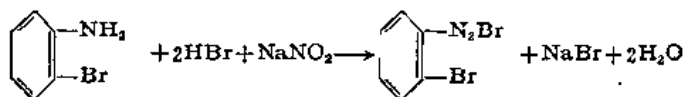


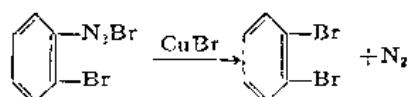
分子式  $\text{C}_6\text{H}_4\text{Br}_2$

分子量 235.92

理化性质 无色或浅黄色液体。不溶于水；溶于乙醇；易溶于乙醚、丙酮、苯和四氯化碳。熔点7.1℃。沸点225℃；92℃/10mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.9843。折光率 $n_D^{20}$ 1.6155。

合成方法<sup>(1)</sup>





在置于冰浴中装有机械搅拌器的2 L 三颈圆底烧瓶中,加入171.9g(172g,1mol)邻溴苯胺和300mL(2.5mol)48%的氢溴酸,加冰使其冷却到0℃。在搅拌下迅速加进70g(1mol)亚硝酸钠与125mL水配成的溶液,同时添加碎冰保温在10℃以下,当亚硝酸钠溶液只剩5mL时,用淀粉碘化钾试纸测试,直至最后有过量的亚硝酸时为止。同时,在5 L 三颈圆底烧瓶中,装有蒸馏用的冷凝器并附带一个2 L 接收瓶,用螺丝夹夹住的蒸汽导管和分液漏斗。加入79g(0.55mol)溴化亚铜和80mL(0.6mol)氢溴酸,加热至沸。将重氮盐溶液经分液漏斗注入沸腾的溴化亚铜-氢溴酸溶液里,注入速度以维持沸腾为准。约30分钟全部加完。此时有很多产物随水汽蒸出。加完时关闭分液漏斗的活塞,打开蒸汽导管上的螺丝夹头,通入蒸汽直至不再有油珠蒸出为止。约收1~1.5L 馏出物。从馏出物中分出重的油层,用浓硫酸洗涤,每次用10mL,直至洗出的酸层仅微带黄色为止。一般约需洗四次,油层用100mL水洗一次,5%氢氧化钠溶液洗二次,每次用50mL,最后再用100mL水洗一次,加3g无水氯化钙干燥,然后进行蒸馏,收集223~225℃馏分,得邻二溴苯。产率约80~90%。

**用途** 用于有机合成,染料中间体。

**安全与贮存** 本品有毒,应密封贮存。

### 参 考 文 献

- [1] E. C. Horning: "Organic Syntheses", Coll. Vol. III, 1st ed, University of Missouri, U. S. A. 185, 1955.

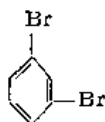
### 间 二 溴 苯

I-2(2)-0025

#### *m*-Dibromobenzene

**别名** 1,3-二溴苯 1,3-Dibromobenzene

**结构式**

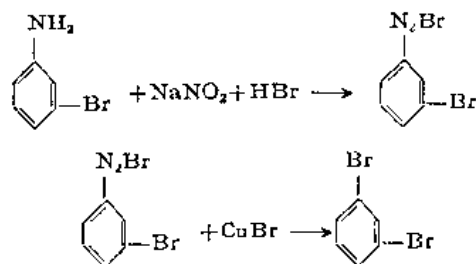


**分子式**  $\text{C}_6\text{H}_4\text{Br}_2$

**分子量** 235.92

**理化性质** 无色液体。不溶于水,溶于乙醇,易溶于乙醚。熔点-7℃。沸点218℃,66℃/5mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.9523。折光率 $n_D^{20}$ 1.6083。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



在装有机械搅拌器、温度计和滴液漏斗的1 L 三颈圆底烧瓶中,加入86g 间溴苯胺,175mL氢溴酸(相对密度1.48)。将烧瓶置于盐冰浴中,冷却至5℃以下,在搅拌下经滴液

漏斗加入35g亚硝酸钠与70mL水配成的溶液，至淀粉碘化钾试纸呈蓝色，不时加入少许碎冰，以使温度低于10℃

在一个2.5L圆底烧瓶中，制备40g溴化亚铜在40mL48%氢溴酸中的溶液，加热至沸，缓缓地加入上述重氮盐溶液。加完后进行水蒸汽蒸馏，至无油珠蒸出为止。

用20%氢氧化钠溶液使馏出液呈碱性，以除去可能生成的间溴苯酚，充分摇动，分出间二溴苯粗品。用40~50mL浓盐酸洗，然后水洗，再用30%氢氧化钠溶液洗，最后用水洗。用无水氯化钙干燥。进行蒸馏，收集215~217℃馏分，得纯的间二溴苯。

用途 用于有机合成。

### 参 考 文 献

(1) Arthur I. Vogel; "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th, ed., London, 701, 1978.

### 对 二 溴 苯

I-2(2)-0026

*p*-Dibromobenzene

别名 1,4-二溴苯 1,4-Dibromobenzene

结构式

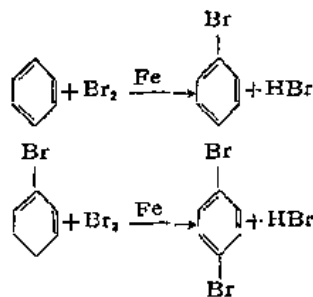


分子式  $C_6H_4Br_2$

分子量 235.92

理化性质 白色结晶。有二甲苯的气味。不溶于水；溶于乙醇、苯；易溶于热乙醇、丙酮、乙醚和热苯。熔点87.33℃。沸点219℃。相对密度 $d_4^{20}$ 1.8322。折光率 $n_D^{20}$ 1.5742。

合成方法<sup>(1)</sup>



在装有回流冷凝器（其上端连一导管至溴化氢吸收装置）和滴液漏斗的500mL三颈圆底烧瓶中，加入90mL（1mol）苯（预先用氯化钙干燥过）和2g粗铁屑。从滴液漏斗中徐徐滴加溴。一般经15分钟后开始反应（缓缓沸腾），加入溴的速度控制在使反应物维持微沸为宜。当溴加完后，在水浴上于20~30℃加热1小时，再在60℃加热45分钟，直至溴的棕色蒸气消失为止。滤去铁屑后，在分液漏斗中用水洗涤，然后进行水蒸汽蒸馏。当在冷凝器中析出白色结晶（对二溴苯）时，更换接收器，直到除水以外无其他物质蒸出为止。第一部分蒸出的溴代苯，分去水层，用氯化钙干燥1小时后，进行蒸馏，收集150~170℃馏分，其中主要为溴代苯。蒸馏后的残余物趁热倾至瓷皿中，冷凝后与水蒸汽蒸馏（换受器后）所得的对二溴苯合并。干燥后，加活性炭用甲醇重结晶，每克粗品约需5mL甲醇，得对二溴苯24g。产率10%。

**用途** 用于有机合成, 染料中间体。

**安全与贮存** 本品有毒, 有刺激性, 通过皮肤易于吸收, 在动物试验中发现能引起肝脏损害, 其蒸气能引起眼球水晶体混浊。应避光, 密封贮存。

### 参 考 文 献

[1] 韩广甸等编译:《有机制备化学手册》, 上卷, 化学工业出版社, 135, 1985。

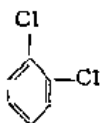
### 邻 二 氯 苯

I-2(2)-0027

*o*-Dichlorobenzene

**别名** 1,2-二氯苯 1,2-Dichlorobenzene

**结构式**

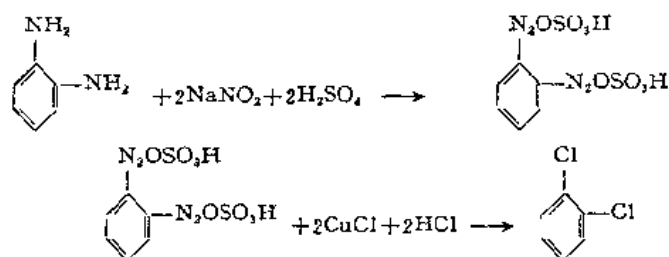


**分子式**  $C_6H_4Cl_2$

**分子量** 147.01

**理化性质** 无色液体。有特殊气味。不溶于水; 溶于乙醇和乙醚; 易溶于苯。熔点  $-17^\circ\text{C}$ 。沸点  $180.5^\circ\text{C}$ ;  $86^\circ\text{C}/18\text{mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{20}$  1.3048。折光率  $n_D^{20}$  1.5515。有毒。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



参阅 I-2(2)-0029 的合成方法, 将对苯二胺改为邻苯二胺。当氮气停止放出后, 加同体积水稀释, 再进行水蒸汽蒸馏, 馏出液分出油层, 用碱液、水分次洗涤, 加无水氯化钙干燥, 然后进行蒸馏, 收集  $178\sim 180.5^\circ\text{C}$  的馏分, 得产品 20.6 g。

**用途** 用于有机合成, 染料制造, 煤气除硫剂, 熏漆, 保护漆, 棉胶漆和蜡类的溶剂。也用于杀虫剂。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

[1] Herbert R. Hodgson et al., *J. Chem. Soc.*, 530 (1935).

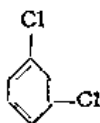
### 间 二 氯 苯

I-2(2)-0028

*m*-Dichlorobenzene

**别名** 1,3-二氯苯 1,3-Dichlorobenzene

**结构式**

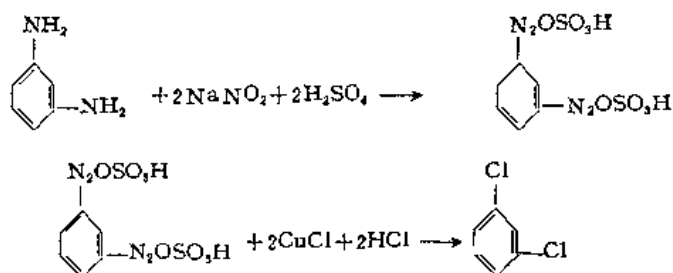


**分子式**  $C_6H_4Cl_2$

**分子量** 147.01

**理化性质** 无色液体。不溶于水；溶于乙醇、乙醚和苯。熔点  $-24.7^{\circ}\text{C}$ 。沸点  $173^{\circ}\text{C}$ ； $53^{\circ}\text{C}/10\text{mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{20} 1.2884$ 。折光率  $n_D^{20} 1.5459$ 。有毒。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



参阅 I-2(2)-0029 的合成方法，将对苯二胺改为间苯二胺，收集  $171\sim 173^{\circ}\text{C}$  的馏分，得产品  $20.7\text{g}$ 。

**用途** 用于染料制造，有机合成中间体，溶剂等。

**安全与贮存** 密封保存。

### 参 考 文 献

[1] Herbert H. Hodgson et al; *J. Chem. Soc.*, 530(1935).

### 对 二 氯 苯

I-2(2)-0029

*p*-Dichlorobenzene

**别名** 1,4-二氯苯 1,4-Dichlorobenzene

**结构式**

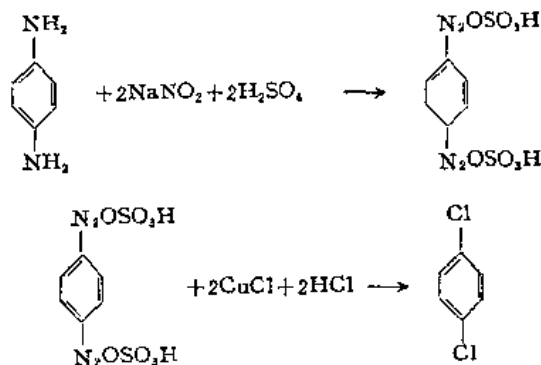


**分子式**  $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$

**分子量** 147.01

**理化性质** 无色结晶或白色环状物。有特殊气味。不溶于水；易溶于乙醇，溶于乙醚和苯。熔点  $53.1^{\circ}\text{C}$ 。沸点  $174^{\circ}\text{C}$ ； $55^{\circ}\text{C}/10\text{mmHg}$ 。相对密度  $d_4^{20} 1.2475$ 。折光率  $n_D^{20} 1.5285$ 。常温下即升华。

**合成方法**<sup>(1)</sup>



在装有机械搅拌器、温度计和滴液漏斗的1L三颈圆底烧瓶中，加入32g亚硝酸钠，320mL浓硫酸，在 $70^{\circ}\text{C}$ 搅拌溶解。冷却并保持在 $30^{\circ}\text{C}$ 以下，在搅拌下，慢慢加入21.6g对苯

## 碘代苯

I-2(2)-0031

Iodobenzene

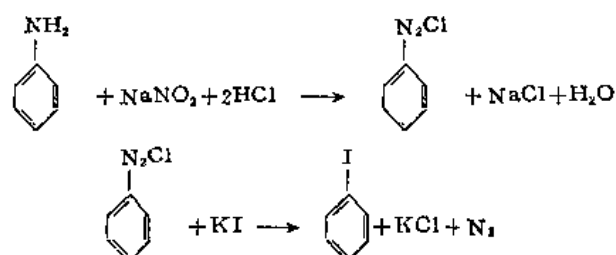
别名 碘苯 Phenyl iodide

结构式

分子式  $C_6H_5I$ 

分子量 204.01

理化性质 无色液体。有特殊气味。见光色变黄。不溶于水；溶于乙醇和三氯甲烷；易溶于乙醚。熔点  $-31.27^\circ\text{C}$ 。沸点  $188.3^\circ\text{C}$ 。相对密度  $d_4^{20}$  1.8308。折光率  $n_D^{20}$  1.6200。

合成方法<sup>[1]</sup>

在装有机械搅拌器和温度计的500mL三颈圆底烧瓶中，加入55mL水和55mL浓盐酸，混合后加入20g(0.215mol)苯胺，加碎冰冷却，搅拌，使反应混合物的温度降至 $5^\circ\text{C}$ 以下。

将16g(0.23mol)亚硝酸钠溶于7.5mL水中，冰浴冷却。在搅拌下将亚硝酸钠溶液以每次2~3mL加至苯胺盐酸盐溶液中，反应温度不得超过 $10^\circ\text{C}$ 。把最后的约4mL亚硝酸钠溶液以更慢的速度（每次1mL）加入至溶液对淀粉碘化钾试纸呈蓝色为止。

往上述所得的苯胺重氮盐溶液中，在搅拌下慢慢加入36g碘化钾在40mL水中的溶液，此时放出氮气。将混合物放置几小时后，装上空气冷凝器，在沸水浴中小心加热至无气体放出为止。冷却后，倾去上层水溶液，加10%氢氧化钠溶液使呈碱性。然后进行水蒸汽蒸馏，至无油珠蒸出为止。将馏出液用分液漏斗分离上层水溶液，下层碘代苯用亚硫酸氢钠水溶液洗至浅黄色。

用1g无水氯化钙进行干燥，蒸馏，收集 $185\sim 190^\circ\text{C}$ 的馏分。得无色产品33g。产率75%。

用途 用于有机合成、标准折光率液。

安全与贮存 有毒。避光，密封贮存。

## 参考文献

[1] Arthur I. Vogel: "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 695, 1978.

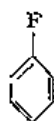
## 氟代苯

I-2(2)-0032

Fluorobenzene

别名 氟苯 Phenyl fluoride

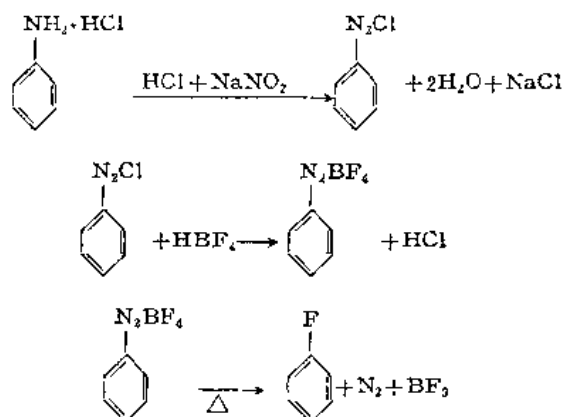
结构式

分子式  $C_6H_5F$ 

分子量 96.11

**理化性质** 无色液体。不溶于水；能与乙醇、乙醚、丙酮、苯、四氯化碳、石油醚相混溶。熔点 $-41.2^{\circ}\text{C}$ 。沸点 $85.1^{\circ}\text{C}$ 。相对密度 $d_4^{25} 1.0225$ 。折光率 $n_D^{20} 1.4684$ 。

### 合成方法<sup>〔1〕</sup>



将1350mL水和1650mL(20mol)浓盐酸(相对密度1.19)加入40L陶瓷缸中,将缸置冰盐浴中冷却并搅拌。当盐酸温度降至 $5^{\circ}\text{C}$ 以下时,将2075g(16mol)苯胺盐酸盐的1/3加入,再慢慢加入由1200g(17mol)亚硝酸钠和1.5L水配制的溶液进行重氮化,温度保持在 $7^{\circ}\text{C}$ 以下。再不时地加入适量的苯胺盐酸盐使总有过量的晶体存在。当加入一半亚硝酸钠溶液时,将所有的苯胺盐酸盐加完,过一些时间,待反应液用淀粉碘化钾试纸试之变蓝时,停止重氮化反应,这几乎要加入所有的亚硝酸钠溶液。在重氮化的同时制备氟硼酸:于3L内壁涂石蜡的烧瓶中,将1000g(16.2mol)硼酸(纯结晶)加到2150g(65mol)60%的氢氟酸中,摇动烧瓶并以水冷却,使温度保持在 $20\sim 25^{\circ}\text{C}$ 。然后,在强烈搅拌下,将冰冷的氟硼酸溶液倒入冷至 $0^{\circ}\text{C}$ 以下的重氮盐溶液中,二者混合的温度应保持在 $10^{\circ}\text{C}$ 以下,并尽快加完。搅拌20~30分钟后,吸滤出结晶并相继用800mL冰水,同体积的甲醇及约900mL乙醇洗涤。固体在每次洗涤后应尽量抽干。将所得浅黄色绒毛状的氟硼酸重氮盐铺在吸水纸上于空气中放置过夜。然后将其放入12L烧瓶中,烧瓶用弯的粗玻璃管与一个大内径的长冷凝器相连,后者再与浸在冰盐浴中彼此串联的三个2L锥形瓶相连,最后一个与盛有碱液的吸收瓶连接。用小火在氟硼酸重氮盐固体的近表面处小心烘烤加热,直到开始分解时为止,撤火,让分解反应自动地继续进行。若反应过激,可用冰块摩擦烧瓶使其冷却;必要时再小心地加热混合物使反应进行下去。最后应强烈地加热直到不再有氟化硼的烟雾释出为止。反应瓶中尚余的氟代苯可以在接收瓶处轻轻吸气,将其全部蒸出。

合并各接收瓶中馏出液,其中若有苯酚沉出,滤除。滤液用10%的氢氧化钠洗涤,至洗液几乎无色为止。再用水洗一次。用无水氯化钙干燥后,移入装有短分馏柱的2L烧瓶中快速蒸馏。起初馏出物中若仍含有少量水,可再行干燥,氟代苯于 $84\sim 85^{\circ}\text{C}$ 蒸出。产量780~870g。产率51~57%。

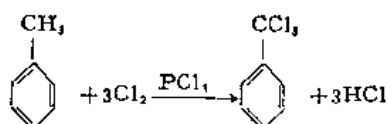
**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品毒性较小但易燃,应置阴凉处密封贮存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 A. H. Blatt; "Organic Syntheses", Coll. Vol. II, 1st ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 295, 1955.



合成方法<sup>(1)</sup>

在装有温度计、气体导入管和回流冷凝器（其上端连一导管至气体吸收装置）的100mL三颈圆底烧瓶中，加入50g（58mL，0.54mol）甲苯，和2g三氯化磷作催化剂。在沙浴上加热至沸腾，然后开始通入足够有力的氯气流。在反应过程中经常称量反应器的重量，在良好的光照下，反应约需15~20小时完成。当液体的温度达到215℃，并且由于吸收氯而使反应物增重54g（0.76mol）时，停止氯化。然后进行减压蒸馏，收集97~98℃/12mmHg的馏分。得94g，产率90%。在常压下其沸点为214.5~215℃，同时有部分分解。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 有毒。在空气中易冒烟，水解为甲苯和氯化氢。应置于干燥处，避光，密封保存。

## 参 考 文 献

〔1〕 韩广甸等编译：《有机制备化学手册》，上卷，化学工业出版社，135，1985。

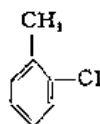
## 邻 氯 甲 苯

1-2(2)-0035

o-Chlorotoluene

**别名** 2-氯甲苯 2-Chlorotoluene

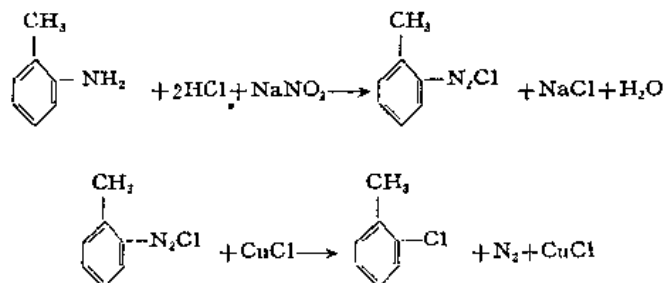
**结构式**



**分子式**  $\text{C}_7\text{H}_7\text{Cl}$

**分子量** 126.59

**理化性质** 无色液体。能随水蒸汽挥发。不溶于水，溶于乙醇、苯；能与乙醚、丙酮、三氯甲烷、四氯化碳、庚烷任意混合。熔点-35.1℃。沸点159.15℃；42.6℃/10mmHg。相对密度 $d_4^{20}$ 1.0825。折光率 $n_D^{20}$ 1.5268。

合成方法<sup>(1)</sup>

在装有机机械搅拌器10L圆底烧瓶中放2kg（1755mL）28%盐酸（相对密度1.14）和428g（427mL，4mol）邻甲苯胺。加碎冰冷却混合物到0℃。邻甲苯胺盐酸盐成细粉状的沉淀分出。开动搅拌，在0~5℃下将280g（4.05mol）亚硝酸钠溶于800mL水中的溶液加到上述冷的悬浮液中，进行重氮化，加入时间约需15分钟。然后在搅拌下将重氮盐溶液加到已冷却至

0℃、预先配好的氯化亚铜溶液中〔1250g(5mol)结晶硫酸铜和325g(5.6mol)氯化钠溶于4L热水中〕。由于加成产物的生成，溶液变稠，需将冷混合物升至室温，并在此温度下搅拌2.5~3.0小时。当温度到达15℃时加成产物开始分解生成氮气和邻氯甲苯。将此溶液在水浴上加热至60℃分解反应即完全。分去水后进行水汽蒸馏。将产物与水层分离后，产物用冷浓硫酸洗、水洗，氯化钙干燥，蒸馏收集155~158℃之馏分。产量375~400g，产率74~79%。

**用途** 用于有机合成、染料中间体的制备。用作溶剂。

**安全与贮存** 本品有毒。有刺激性。对人的中枢神经、内脏有影响，应密封保存。

### 参 考 文 献

- 〔1〕 Henry Gilman; "Organic Syntheses", Coll. Vol. 1, 2nd ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 170, 1956.

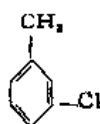
### 间 氯 甲 苯

I-2(2)-0036

*m*-Chlorotoluene

**别名** 3-氯甲苯 3-Chloro-1-methylbenzene

**结构式**

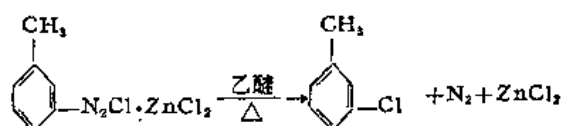


**分子式** C<sub>7</sub>H<sub>7</sub>Cl

**分子量** 126.58

**理化性质** 无色液体。不溶于水，溶于乙醇、苯和三氯甲烷，极易溶于乙醚。熔点-47.8℃。沸点162℃。相对密度 $d_4^{20}$ 1.0722。折光率 $n_D^{20}$ 1.5214。

**合成方法**<sup>〔1〕</sup>



在装有回流冷凝器和机械搅拌器的1L三颈圆底烧瓶中，加入150g间甲苯胺重氮盐的氯化锌复盐，500mL乙醚。在搅拌下，水浴加热回流5小时，即发生分解反应，放出氮气，生成清亮溶液。冷却，水洗，用无水氯化钙干燥。蒸去乙醚，然后收集160~162℃的馏分，得间氯甲苯。产率85%。

本制备方法的优点是不易引起重氮盐的水解而生成酚类。

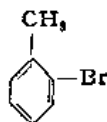
**用途** 用于有机合成，溶剂。

**安全与贮存** 有毒，密封保存。

### 参 考 文 献

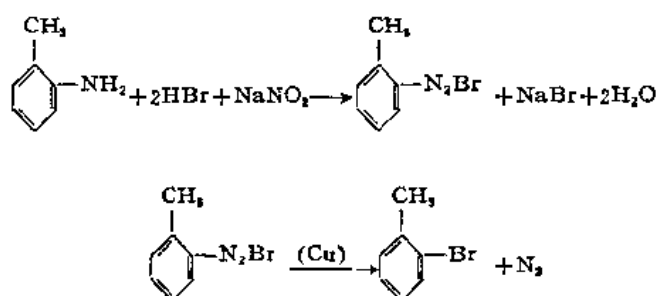
- 〔1〕 Ryohei Oda et al.; *Bull. Inst. Chem. Research, Kyoto Univ.*, 20, 62~63 (1950). (C. A. 45, 7037g.)

## 结构式

分子式  $C_7H_7Br$ 

分子量 171.04

理化性质 无色液体。不溶于水，溶于乙醇、乙醚和苯，与四氯化碳相混溶。熔点  $-26^{\circ}C$ 。沸点  $181.7^{\circ}C$ ； $59.1^{\circ}C/10mmHg$ 。相对密度  $d_4^{20}$  1.4232。折光率  $n_D^{20}$  1.5565。

合成方法<sup>[1]</sup>

在3L烧瓶中，加入由162g(1.5mol)邻甲苯胺于880mL(6mol)40%的氢溴酸中所配成的溶液。再加入116g(1.7mol)亚硝酸钠进行重氮化，每次约加入10g。把烧瓶塞住并摇动，直到所有红色烟雾都已被吸收为止。反应温度在 $10^{\circ}C$ 以下。重氮化完成后，加入5g铜粉，在烧瓶上装一个回流冷凝器并非常小心地加热。反应开始，立刻用冰水冷却烧瓶。氮气剧烈逸出。待反应缓和后，把混合物在水浴上加热30分钟，加入1L水。并进行水蒸汽蒸馏。蒸馏液约1L。加10g粒状氢氧化钠于馏出液中使呈碱性。分出下层红色的邻溴甲苯。重量约为140g。用浓硫酸洗涤使颜色几乎全部除去。再用水洗二次。以无水氯化钙干燥。过滤，蒸馏二次。第二次收集 $178\sim 181^{\circ}C$ 之馏分，产量为110~120g。产率43~47%。

用途 用于有机合成及溶剂。

安全与贮存 本品有刺激性。易燃，应避火，置阴凉处，密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Henry Gilman: "Organic Syntheses", Coll. Vol. I, 2nd ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 135, 1956.

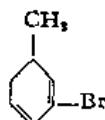
## 间 溴 甲 苯

I-2(2)-0039

*m*-Bromotoluene

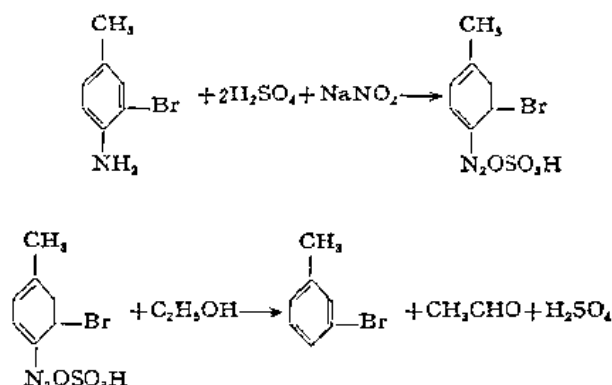
别名 3-溴甲苯 3-Bromo-1-toluene

## 结构式

分子式  $C_7H_7Br$ 

分子量 171.04

理化性质 无色透明液体。不溶于水，能与乙醇、乙醚、苯相混溶。熔点  $-39.8^{\circ}C$ 。沸点  $183.7^{\circ}C$ ； $104.1^{\circ}C/60mmHg$ 。相对密度  $d_4^{20}$  1.4099。折光率  $n_D^{20}$  1.551。

合成方法<sup>(1,2)</sup>

在装有高效电搅拌器、分液漏斗和温度计的5L三颈烧瓶中，依次加入 800mL、95%的乙醇，200mL浓硫酸和250g(1.33mol)粗制的3-溴-4-氨基甲苯<sup>(2)</sup>。把混合物搅拌并冷却到10℃。经分液漏斗加入由148g(2.05mol)亚硝酸钠溶于260mL水所组成的溶液，加入时应保持反应温度不超过10℃。加完后，继续搅拌20分钟。加入35g(0.55mol)用乙醚洗涤过的铜粉。撤除搅拌器，装上高效的回流冷凝器。预备一个冰水浴以便在反应过于剧烈时加以冷却。小心将烧瓶温热直到气体开始剧烈发生。然后将烧瓶浸在冰水中，以免由于氮气及乙醛急速逸出造成损失。反应缓和时，再把烧瓶温热。然后把混合物于水浴上加热10分钟。在反应末期，混合物的颜色由红棕色变为黄色。加入2L水，进行水蒸汽蒸馏，直到再无油状物蒸出为止。从馏出液中分出有机相，依次用10%的氢氧化钠溶液(2×100mL)水(100mL)、浓硫酸(2×150mL)和5%的碳酸钠溶液(100mL)洗涤。以无水氯化钙干燥后，过滤，蒸馏。收集180~183℃/750mmHg的馏分。得无色纯品125~135g。产率54~59%。

用途 用于有机合成；用作溶剂。

安全与贮存 本品有毒。密封贮存。

## 参 考 文 献

- [1] Henry Gilman; "Organic Syntheses", Coll. Vol. I, 2nd ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 133, 1956.  
 [2] *ibid*, 111, 1956.

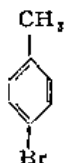
## 对 溴 甲 苯

I-2(2)-0040

*p*-Bromotoluene

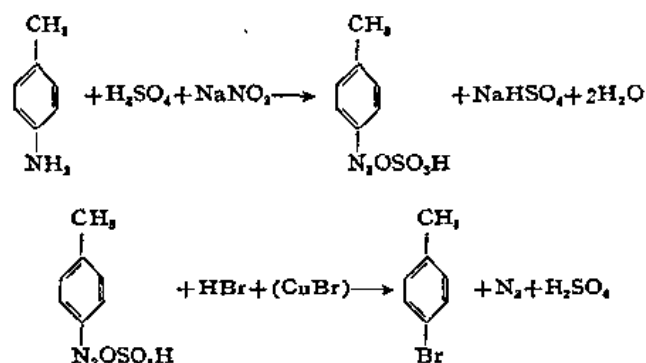
别名 4-溴甲苯 4-Bromo-1-toluene

结构式

分子式  $\text{C}_7\text{H}_7\text{Br}$ 

分子量 171.04

理化性质 无色结晶。不溶于水；溶于乙醇、乙醚和苯。熔点 28.5℃。沸点 184.35℃，61.9℃/10mmHg。相对密度 $d_{20}^{20}$ 1.3959。折光率 $n_D^{20}$ 1.5477。

合成方法<sup>[1]</sup>

把63g(0.25mol)硫酸铜晶体, 20g(0.31mol)铜屑, 154g(1.1mol)溴化钠二水物, 30g(16.3mL, 0.28mol)浓硫酸(相对密度1.84)和1L水的混合物加热回流3~4小时, 至溶液变成淡黄色为氢溴酸-溴化亚铜溶液, 制好备用。同时, 制备重氮盐溶液。把107g(1mol)对甲苯胺、196g(107mL, 1.9mol)浓硫酸(相对密度1.84)和1L水中所成的溶液冷却到20℃以下, 用70g(1mol)亚硝酸钠溶于125mL水中所成的溶液进行重氮化。用冰水浴温度保持在15~20℃之间。重氮化约需20~30分钟。把配制好的溴氢酸-溴化亚铜溶液置于5L圆底烧瓶中, 并准备好水蒸汽蒸馏的装置。把亚铜溶液加热至沸, 从分液漏斗慢慢地加入重氮盐溶液。同时通入水蒸汽。这一步骤约需2小时。馏出液加入氢氧化钠溶液使呈碱性。分出对溴甲苯层, 粗品重131~137g。把它用浓硫酸和水各洗一次, 以无水氯化钙干燥。过滤, 蒸馏。收集183~185℃的馏分, 得产品120~126g。熔点为25~26℃。产率70~73%。

**用途** 用于有机合成。

**安全与贮存** 本品有刺激性。易燃, 应避火并置阴凉处, 密封保存。

## 参 考 文 献

- [1] Henry Gilman, "Organic Syntheses", Coll. Vol. 1, 2nd ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 176, 1956.

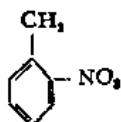
## 邻 硝 基 甲 苯

I-2(2)-0041

## o-Nitrotoluene

**别名** 1-甲基-2-硝基苯 1-Methyl-2-nitrobenzene

**结构式**



**分子式**  $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$

**分子量** 137.14

**理化性质** 浅黄色油状液体。不溶于水; 能与乙醇、乙醚、苯及石油醚相混溶。能随水蒸汽挥发。熔点-9.55℃。沸点221.7℃。相对密度 $d_4^{20}$ 1.1629。折光率 $n_D^{20}$ 1.5450。

**合成方法**<sup>[1]</sup> 参阅 I-2(2)-0042的工艺。

**用途** 用于有机合成。作染料中间体和制备品红的氧化剂。

**安全与贮存** 本品易燃, 有毒, 能经皮肤吸收, 毒性类似硝基苯但较低。应避火、避光,

密封贮存。

### 参 考 文 献

〔1〕 韩广甸等编译:《有机制备化学手册》,上卷,化学工业出版社,157,1985。

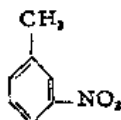
### 间硝基甲苯

I-2(2)-0042

*m*-Nitrotoluene

别名 间硝基苄, 甲基间硝基苯 Methyl-*m*-nitrobenzene

结构式

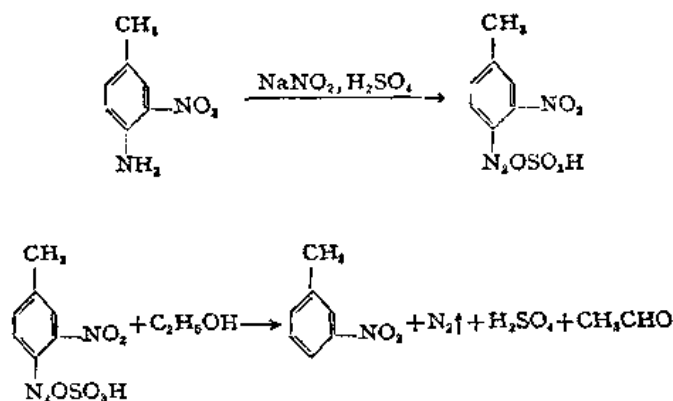


分子式  $C_7H_7NO_2$

分子量 137.14

理化性质 浅黄色油状液体。难溶于水,能与乙醇、乙醚、苯等相混溶。能随水蒸汽挥发。熔点 $16^{\circ}\text{C}$ 。沸点 $232.6^{\circ}\text{C}$ 。相对密度 $d_4^{20}$ 1.1571。折光率 $n_D^{20}$ 1.5466。

合成方法<sup>〔1〕</sup>



在5L圆底烧瓶中加入500g乙醇、170g(1.1mol)3-硝基-4-氨基甲苯和250g浓硫酸。用冰浴使混合物降温至 $10^{\circ}\text{C}$ 。在搅拌下慢慢加入由85g(1.2mol)亚硝酸钠配成的饱和溶液,温度保持在 $10^{\circ}\text{C}$ 以下。然后在烧瓶上装一高效回流冷凝器,在水浴上温热混合物,直到氮气停止放出。改水浴为油浴,变回流装置为分馏装置。先小心地将乙醇和乙醛蒸出,当气温达 $80^{\circ}\text{C}$ 时,停止分馏,改分馏为水蒸汽蒸馏装置,进行水蒸汽蒸馏。从馏出物中分出油状物,水层用150~200mL苯提取一次,合并油状物和提取液,加无水氯化钙干燥。先常压蒸出苯,再减压蒸馏,收集 $113\sim 114^{\circ}\text{C}/15\text{mmHg}$ 的馏出物,冷至 $16^{\circ}\text{C}$ 以下,凝为淡黄色固体,其熔点为 $16^{\circ}\text{C}$ ,得产品95~110g。产率62~72%。

用途 用于有机合成,染料中间体。

安全与贮存 本品易燃,有毒,但较硝基苯毒性低。应防止皮肤接触,避火、密封贮存。

### 参 考 文 献

〔1〕 Henry Gilman; "Organic Syntheses", Coll, Vol. I, 2nd ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 415, 1956.

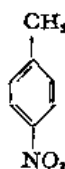
## 对硝基甲苯

I-2(2)-0043

*p*-Nitrotoluene

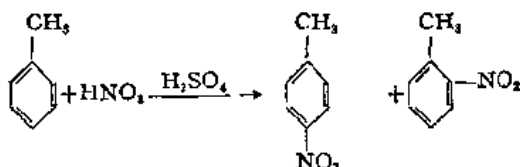
别名 4-硝基甲苯 4-Nitrotoluene; 对硝基苄

结构式

分子式  $C_7H_7NO_2$ 

分子量 137.14

理化性质 浅黄色结晶。不溶于水; 溶于乙醇; 易溶于苯、乙醚、三氯甲烷和四氯化碳。

熔点 $54.5^{\circ}C$ 。沸点 $238.3^{\circ}C$ 。相对密度 $d_4^{25} 1.1038$ 。闪点 $106^{\circ}C$ 。合成方法<sup>[1]</sup>

在500mL三颈烧瓶中,放入46g(53mL, 0.5mol)纯甲苯。装上电搅拌器、温度计和滴液漏斗,另在一烧杯中放入52g(36mL, 0.66mol)相对密度为1.45的硝酸,在冷却下缓缓地加入80g(43mL)浓硫酸,配成硝化液。将它轻移到滴液漏斗中。开动500mL烧瓶的搅拌,将硝化液滴加到甲苯中,加入速度以使反应温度不超过 $60^{\circ}C$ 为适,必要时用冷水冷却。硝化剂全部加完后,将反应混合物置水浴中于 $60^{\circ}C$ 保温30分钟。移入分液漏斗内,分去下面的酸层;上层用水洗几次,分去水层。油层用少量无水氯化钙干燥至澄清。过滤。先蒸除 $150^{\circ}C$ 以前馏分,剩余物移至150mL烧杯中,用冰盐(2:1)冷剂冷冻8小时,析出对硝基甲苯结晶。吸滤。将所得结晶移入一装有分馏柱和空气冷凝管的小蒸馏瓶中,进行蒸馏,收集 $232\sim 238^{\circ}C$ 的馏分。将上述滤液在同一仪器中再蒸馏,收集 $216\sim 222^{\circ}C$ 的馏分,其中大部为邻硝基甲苯。将粗品分别重蒸一次,可得对位和邻位硝基甲苯的纯品。两种异构体的总产量约为62~65g,产率90~95%。其中邻硝基甲苯约三分之二,对硝基甲苯约三分之一。亦可采用对氨基甲苯用三氯过氧乙酸氧化的工艺制备,产率可达到71%<sup>[2]</sup>。

用途 用于有机合成,染料中间体。

安全与贮存 本品易燃,应避火密封贮存。制备中蒸馏时切勿蒸干,否则能引起爆炸。

## 参 考 文 献

(1) 韩广甸等编译:《有机制备化学手册》,上卷,化学工业出版社,156,1985。

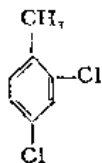
(2) Arthur I. Vogel; "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 629, 1978.

## 2,4-二氯甲苯

I-2(2)-0044

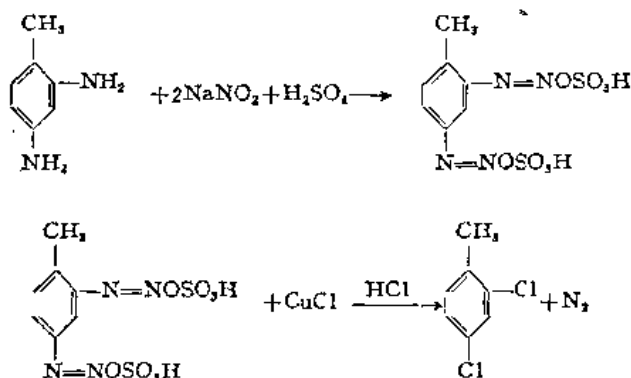
2,4-Dichlorotoluene

## 结构式

分子式  $C_7H_5Cl_2$ 

分子量 161.03

理化性质 无色透明液体。不溶于水；能与乙醇、乙醚和苯混溶。熔点 $-13.5^{\circ}C$ 。沸点 $196\sim 197^{\circ}C$ 。相对密度 $d_4^{20}1.2498$ 。折光率 $n_D^{20}1.5511$ 。

合成方法<sup>[1]</sup>

在装有机械搅拌器、滴液漏斗和温度计的1L三颈圆底烧瓶中，加入320mL浓硫酸，32g亚硝酸钠。加热至 $70^{\circ}C$ ，搅拌至全溶。冷却至 $30^{\circ}C$ 以下，在迅速搅拌下，保持在 $30^{\circ}C$ 以下，慢慢加入24.4g 2,4-二氨基甲苯溶于150mL冰乙酸的溶液。将以上溶液慢慢加入到40g氯化亚铜和300mL浓盐酸的溶液中，反应保持在 $40^{\circ}C$ 以下，当停止放氮时，加同体积的水稀释，然后进行水蒸汽蒸馏，分出油层，用5%氢氧化钠溶液洗涤，再用水洗，加无水氯化钙干燥，然后进行蒸馏，得产品24.2g。产率75%。

用途 用于有机合成，制药工业，溶剂。

安全与贮存 本品有毒，密封保存。

## 参 考 文 献

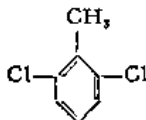
[1] Hadyson and Walker; *J. Chem. Soc.*, 530(1935).

2,6-二氯甲苯

I-2(2)-0045

2,6-Dichlorotoluene

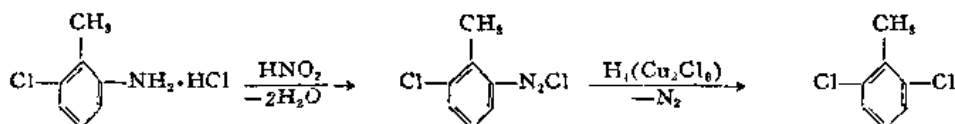
## 结构式

分子式  $C_7H_5Cl_2$ 

分子量 161.03

理化性质 无色油状液体。不溶于水；溶于二氯甲烷。沸点 $198^{\circ}C$ 。折光率 $n_D^{20}1.5507$ 。有毒。



合成方法<sup>[1,2,3]</sup>

1. 铜络合物溶液的制备 在2L烧杯中将125g(0.5mol)硫酸铜溶于1L冷水中,在搅拌下加入33g(0.5mol)锌粉,继续搅拌至溶液中不含 $\text{Cu}^{2+}$ 离子为止(与氨溶液不生成蓝色)。所得的铜粉用水洗涤。倾去水洗涤液,加入稀盐酸,煮沸15分钟,以去掉残余的锌,再用冷水洗涤。另外,再于2L烧杯中,在90℃将125g(0.5mol)硫酸铜用水溶解,缓缓加入55g无水碳酸钠,至溶液中不含 $\text{Cu}^{2+}$ 离子为止。将析出的碳酸铜沉淀过滤,水洗。另于4L圆底烧瓶中,放置200g浓盐酸和250ml热水,溶入125g食盐。向此溶液中加入上述制得的铜粉。最后,于60~80℃及搅拌下,缓缓加入制得的碳酸铜,生成浅绿色溶液,将其冷至60℃备用。

2. 重氮化合物溶液的制备 在孔烧杯中加入700mL热水及400g盐酸,于搅拌下缓缓加入142g(1mol)6-氯-2-氨基甲苯。将所制得的透明溶液冷却,加入800g碎冰,于搅拌下滴加70g(1mol)亚硝酸钠在140mL水中的溶液,至对淀粉碘化钾试纸呈蓝色反应。重氮化时温度不得超过5℃。

3. 2,6-二氯甲苯的制备 在激烈搅拌下,将所制得的重氮盐溶液呈细流状加到盛有氯铜酸溶液小烧瓶中,调节加入速度,使泡沫的产生不要过于猛烈,且瓶内温度保持在50~60℃之间,然后在火焰上微热约15分钟。

继续搅拌30分钟,进行水蒸汽蒸馏,将二氯甲苯蒸出。把馏出液中的黄色油状液体用分液漏斗分出水层,油层用浓硫酸洗涤两次(每次10mL),得到无色油状物。先用水洗,再用10g40%氢氧化钠溶液洗,分去碱层。然后进行分馏,得140g纯的2,6-二氯甲苯,沸点198℃。

用途 用于有机合成。

## 参 考 文 献

- [1] 韩广甸等编译:《有机制备化学手册》,中卷,化学工业出版社,28,1985。
- [2] Gohew Dakin; *J. Chem. Soc.*, 79, 1131(1901).
- [3] Lellmann, Klotz; *Ann.*, 231, 318(1885).

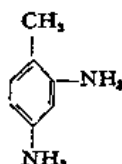
## 2,4-二氨基甲苯

I-2(2)-0046

## 2,4-Diaminotoluene

别名 2,4-蒽二胺

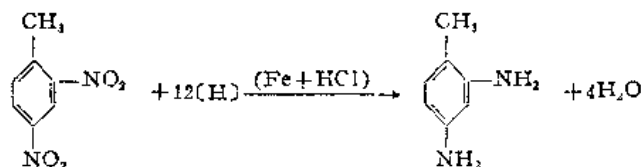
结构式



分子式  $\text{C}_7\text{H}_9\text{N}_2$

分子量 122.17

理化性质 无色或浅黄色结晶或结晶性粉末。易溶于热水、热苯、乙醇和乙醚。水溶液久置变色。熔点99℃。沸点292℃; 148~150℃/8mmHg。

合成方法<sup>(1)</sup>

在装有回流冷凝器和电搅拌器的 500 mL 三颈烧瓶中，加入 45.5 g (0.25 mol) 2,4-二硝基甲苯、85 g (1.5 mol) 铁粉和 100 mL 50% (按重量计) 的乙醇。水浴上加热煮沸，在搅拌下，慢慢加入由 5.2 mL (0.06 mol) 浓盐酸和 25 mL 50% (按重量计) 的乙醇配成的溶液。待酸全部加完后，将混合物回流 2 小时。然后于热混合物中加 15% 氢氧化钾乙醇溶液使其对石蕊试纸恰呈碱性反应。趁热滤除铁粉，并用 95% 乙醇冲洗反应瓶 (2 × 50 mL) 和滤出铁粉。合并滤液、洗液，加入 84 mL 6N 的硫酸，沉出 2,4-二氨基甲苯硫酸盐，混合物冷至 25℃，过滤。滤得产物用 95% 乙醇洗两次，每次 25 mL。置空气中晾两小时后，再在 110℃ 干燥至恒重，得 2,4-二氨基甲苯硫酸盐 49 g，产率 89%。熔点 249~251℃ (同时发生分解)。

将 20 g 上面制得的 2,4-二氨基甲苯硫酸盐溶于 200 mL 60℃ 的水中，将溶液冷至 40℃，加入饱和氢氧化钠溶液使呈碱性 (石蕊试纸变蓝)。再加入 15 g 2,4-二氨基甲苯硫酸盐，升温至 55℃ 使硫酸盐溶解，冷至 40℃，用饱和氢氧化钠溶液调至弱碱性 (石蕊试纸变蓝)，再冷至 30℃，抽滤。将余下的 14 g 2,4-二氨基甲苯硫酸盐加进滤液中，加热至 55℃ 使硫酸盐溶解，冷至 40℃，用饱和氢氧化钠调成弱碱性，冷至 25℃，将析出的二氨基甲苯结晶滤出。将所得二氨基二苯放氯化钙干燥器中干燥至恒重，共得 26.5 g。产率 95%。熔点 97~98.5℃。

**提纯方法** 将二氨基甲苯粗品在 70℃ 溶于为其重量 8 倍的苯中，经热漏斗迅速过滤。滤液冷至 25℃，将析出的棕色结晶分出；母液蒸浓至 25 mL 后再冷至 25℃，取其结晶。全部产品合并，在空气中干燥，产量 22.5 g。产率 74% (以二硝基甲苯计)。熔点 98℃。

**用途** 用于有机合成，皮毛染黑，用作染料中间体。

**安全与贮存** 本品有毒。对肝脏有影响，并有刺激性。应避光、密封贮存。

## 参 考 文 献

- (1) A. H. Blatt: "Organic Syntheses", Coll. Vol. II, 1st ed., Queen's College, Flushing, N. Y., 160, 1955.

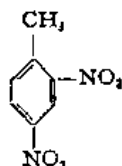
## 2,4-二硝基甲苯

I-2(2)-0047

## 2,4-Dinitrotoluene

**别名** 1-甲基-2,4-二硝基苯 1-Methyl-2,4-dinitrobenzene

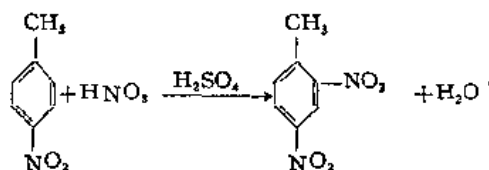
## 结构式



**分子式**  $\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_4$

**分子量** 182.14

**理化性质** 黄色针状结晶。不溶于水；溶于乙醇、乙醚及苯。熔点 71℃。沸点 300℃ (稍有分解)。相对密度  $d_4^{20}$  1.3208。折光率  $n_D^{20}$  1.442 (1.756)。

合成方法<sup>(1)</sup>

在500mL圆底烧瓶中,加入18g(12mL,0.36mol)发烟硝酸(相对密度1.5),30g(1.65mL)浓硫酸,几片碎玻璃。慢慢加入14g(0.1mol)对硝基甲苯,反应温度不得超过50℃,必要时将烧瓶浸入冷水中冷却。装上回流冷凝器,在水浴上加热至90~98℃,保温30分钟。冷至室温,将反应物慢慢倒入约500mL冰水中,即析出2,4-二硝基甲苯。用布氏漏斗滤出。用冷水彻底洗涤。尽量抽干,用少量热甲醇重结晶,得产品12.5g。熔点71℃。产率69%。

用途 用于有机合成,染料制备,炸药制造。色谱分析参比物。

安全与贮存 有毒,易燃。

## 参 考 文 献

- [1] Arthur I. Vogel; "A textbook of Practical Organic Chemistry", 4th ed., London, 626, 1978.

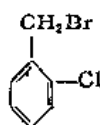
 $\alpha$ -溴-2-氯甲苯

I-2(2)-0048

 $\alpha$ -Bromo-2-chlorotoluene

别名 邻氯苄基溴 *o*-Chlorobenzyl bromide; 2-氯苄基溴 2-Chlorobenzyl bromide

结构式

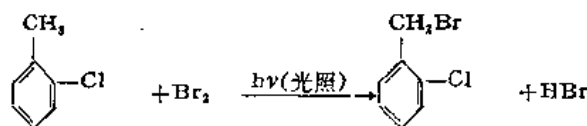


分子式  $C_7H_6BrCl$

分子量 205.49

理化性质 液体。在热水中分解。溶于苯和三氯甲烷。沸点120℃/10mmHg。

合成方法<sup>(1,2)</sup>



将95g(0.75mol)邻氯甲苯在搅拌下加热回流,并用150W灯光照射,同时于2小时内徐徐加入128g(0.80mol)溴。加溴后,继续照射、回流3小时。然后减压蒸馏,收集118~120℃/10mmHg的馏分,得产品152g。产率98%。

用途 用于有机合成。

## 参 考 文 献

- [1] D. A. Shirley; "Preparation of Organic Intermediates", John Wiley & Sons, N.Y., 74, 1951.  
[2] Barnes and Gordou; *J. Am. Chem. Soc.*, 71, 2646(1949).

## 氯 代 苄

I-2(2)-0049

## Benzyl chloride

# 第一章 无机化学试剂

## 第一节 单 质

铝

I-1(1)-0001

Aluminium

分子式 Al

分子量 26.98154

**理化性质** 银白色有光泽的轻金属。相对密度2.702。熔点660.37℃。沸点2467℃。为电、热的良导体。在空气中表面形成致密的氧化物薄膜，能保护内层铝不致进一步同氧或水作用。铝有两性，溶于酸也溶于碱。铝的纯度越高，在酸中的反应越慢。在冷浓硫酸和浓硝酸中，由于表面钝化而不发生作用。

**提纯方法**<sup>(1)</sup> 采用三层式电解法精制。阳极用粗铝和铜的合金，阴极用纯铝（99.99%以上），电解液的组成为：BaCl<sub>2</sub>60%、NaF17%、AlF<sub>3</sub>23%或AlF<sub>3</sub>48%、NaF18%、BaF<sub>2</sub>18%、CaF<sub>2</sub>16%。电解温度约为750℃。所制得铝的纯度可达99.995%以上。

**用途** 用作还原剂，制造各种铝合金。用于有机合成。

**安全与贮存** 铝粉或铝箔应密封保存。

### 参 考 文 献

(1) 日本化学会编，曹惠民等译：《无机化合物合成手册》，第一卷，化学工业出版社，54，1983。

锑

I-1(1)-0002

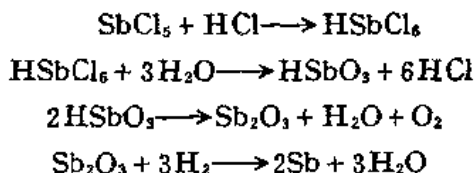
Antimony

分子式 Sb

分子量 121.75

**理化性质** 银白色有光泽的金属。相对密度 $d^{20}_4$ 6.684。熔点630.74℃。沸点1750℃。硬脆并易碎为粉末，易燃烧成氧化物。

**合成方法**<sup>(1,2)</sup>



取100g纯五氯化锑在搅拌下分批加到70mL浓盐酸中，（外面水冷，防止反应过于猛烈）。置水浴上于45~50℃保温，直至所生成的沉淀溶解。冷至室温，加入少量晶种，搅拌生成小结晶。过滤并用少量冰冷的浓盐酸冲洗小结晶数次。滤液在冷却下通入干燥的氯化氢还可得到部分产物，即纯氯锑酸。

溶纯氯锑酸100g于100mL冷水中，即析出锑酸沉淀，加氨水至不再有沉淀析出为止。然后置水浴上加热至沉淀下沉，以倾析法用热水洗涤数次，过滤，干燥。









































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































































