

陈克重 黄小麟 编

常用无机化合物制备手册

诀窍·技巧



化学工业出版社

常用无机化合物制备手册

陈克重 黄小麟 编



化学工业出版社

· 北 京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

常用无机化合物制备手册/陈克重, 黄小麟编. —北京: 化学工业出版社, 2006. 6

ISBN 7-5025-8962-7

I. 常… II. ①陈… ②黄… III. 无机化合物-制备-技术手册 IV. TQ12-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 071001 号

常用无机化合物制备手册

陈克重 黄小麟 编

责任编辑: 王秀鸾 路金辉

责任校对: 周梦华

封面设计: 程莉/禾三千

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

购书咨询: (010)64982530

(010)64918013

购书传真: (010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京市振南印刷有限责任公司印刷

三河市宇新装订厂装订

开本 850mm×1168mm 1/32 印张 9½ 字数 249 千字

2006 年 9 月第 1 版 2006 年 9 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-8962-7

定 价: 25.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

欢迎加入化学工业出版社读者俱乐部

您可以在我们的网站 (www.cip.com.cn) 查询、购买到数千种化学、化工、机械、电气、材料、环境、生物、医药、安全、轻工等专业图书以及各类专业教材, 并可参与专业论坛讨论, 享受专业资讯服务, 享受购书优惠。欢迎您加入我们的读者俱乐部。

两种入会途径 (免费)

- ◇ 登录化学工业出版社网上书店 (www.cip.com.cn) 注册
- ◇ 填写以下会员申请表寄回 (或传真回) 化学工业出版社

四种会员级别

- ◇ 普通会员 ◇ 银卡会员 ◇ 金卡会员 ◇ VIP会员

化学工业出版社读者俱乐部会员申请表

姓名:	性别:	学历:
邮编:	通讯地址:	
单位名称:		部门:
您从事的专业领域:		职务:
电话:	E-mail:	

◆ 您希望出版社给您寄送哪些专业图书信息? (可多选)

- ☐ 化学 ☐ 化工 ☐ 生物 ☐ 医药 ☐ 环境 ☐ 材料 ☐ 机械 ☐ 电气 ☐ 安全 ☐ 能源 ☐ 农业
☐ 轻工 (食品/印刷/纺织/造纸) ☐ 建筑 ☐ 培训 ☐ 教材 ☐ 科普 ☐ 其他 ()

◆ 您希望多长时间给您寄一次书目信息?

- ☐ 每月1次 ☐ 每季度1次 ☐ 半年1次 ☐ 一年1次 ☐ 不用寄

◆ 您希望我们以哪种方式给您寄书目? ☐ 邮寄纸介质书目 ☐ E-mail电子书目

此表可复印, 请认真填好后发传真至010-64982630, 或者寄信至: 北京市朝阳区惠新里3号化学工业出版社发行部 读者俱乐部收 (邮编100029)

联系方法:

网上书店 电话: 010-64982511

E-mail: cip64982511@126.com

读者俱乐部及邮购 电话: 010-64982530

E-mail: goushu999@126.com

前 言

化工行业作为一个基础产业，其产品应用广泛。进入 21 世纪，随着科学技术的发展，化工产品进入新型材料时期，进入纳米时代，产品的性能大大提高，应用领域也愈加广泛。对于化工行业特别是从事化学试剂研究开发工作的科研人员来说，技术难度越来越高，解决技术问题的手段也越来越先进；能够尽可能地从事他人实践开发工作中汲取经验，对于化工行业科研工作者来说确实是一个很好的捷径。

本书内容是作者几十年来化工生产与科研实践工作经验的总结，所涉及到的产品，均是作者亲身参与其由实验室到生产规模的全过程中，本书不仅适用于实验室小批量研制生产，也适用于一定规模生产的需要，工艺适用性广泛。本书是针对化学试剂及精细化工研究和生产而编写的一本技术性、实用性的书籍，收集了约 210 多种产品，对每个品种的性质、用途、制备方法及注意事项做了介绍。给读者提供生产及工艺制备思路，使生产和科研人员少走弯路，对提高青年化学工作者的理论水平和实际操作能力，具有一定实用性与参考性。

本书力求通俗易懂，可读性强。对研究和生产过程中所遇到的各种现象进行了详细评述，供读者在遇到类似同样的现象时借鉴并便于掌握。书中充分体现作者对无机化工合成过程中应该掌握的关键点的独到见解，可为同行在进行更进一步探讨与研究时提供一个平台。本书所涉及的产品工艺路线简单、经济，可达到最佳经济效益，可以满足中小企业不同需要。本书可供从事无机化工生产的技术人员及该领域的科研人员阅读，可作为大专院校化工、化学专业师生参考和辅助教材，也可作

为青年化学工作者的技术读本。

说明：本书中分子量均为相对分子质量。

限于作者水平，不当之处在所难免，请读者指正！

在该书的编写过程中得到了周小平、李跃强等同仁的大力支持，在此表示衷心感谢。

编者

2006 年 2 月

目 录

第一章 单质	1
第二章 卤化物	10
第一节 氟化物	10
第二节 氯化物	25
第三节 溴化物	51
第四节 碘化物	59
第三章 硝酸盐与磷酸盐	88
第一节 硝酸盐	88
第二节 磷酸盐	115
第三节 偏磷酸盐	123
第四章 硫酸盐	128
第五章 氧化物与氢氧化物	152
第一节 氧化物	152
第二节 氢氧化物	176
第六章 碳酸盐与有机酸盐	188
第一节 碳酸盐	188
第二节 有机酸盐	204
(一) 乙酸盐	204
(二) 草酸盐	220
(三) 柠檬酸盐	231
(四) 酒石酸盐	235
(五) 乙酰丙酮盐	240
第七章 酸	243
第八章 其他	256

第九章 纳米粉末的探讨	276
参考文献	285
中文索引	286
英文索引	291

第一章 单 质

硫 Sulfur

1-01

别名 硫磺; Sulphur

分子式 S 分子量 32.06

性质 无味的黄色晶体。熔点 119.25°C 。能溶于二硫化碳和苯，不溶于乙醇和乙醚。碳还有若干种变异体，其中主要三种是斜方硫、单斜硫、可塑硫。

规格 (适合生产发光粉的参考规格)

含量/% $\geq$	99.5	铅/% $\leq$	0.0001
铁/% $\leq$	0.00005	钙/% $\leq$	0.0001
铜/% $\leq$	0.00001	二硫化碳和氢氧化	合格
镍/% $\leq$	0.0001	钠溶解试验	

用途 主要用于单色和彩色发光粉生产。

制备方法

原理 本工艺实际上是一个提纯工艺。它是利用二硫化碳对硫磺有很好的溶解性，又对原料中其他杂质不溶的特性完成的。

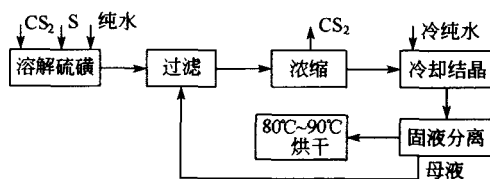
工艺

(1) 在 2000L 的搪瓷容器中，加入纯水约 500L (加纯水是为了在二硫化碳液面上形成水层以隔绝空气与二硫化碳接触)，再加入工业二硫化碳 (小心! 易燃! 有毒!) 1000L，在搅拌下慢慢加入工业硫磺约 400kg，使其全部溶解，此时二硫化碳的硫磺溶液的密度为 $1.40\sim 1.42\text{g}/\text{cm}^3$ ，静置约 10h。

(2) 将上述静置澄清的溶液滤清后移入夹套罐中，并用 $80\sim 90^{\circ}\text{C}$ 循环水加热蒸发浓缩至刚有极少的硫磺结晶析出时，约蒸出二

硫化碳 750L, 停止加热, 慢慢放入已准备好的冰纯水里, 此时将有大量的结晶析出; 整个体系分为三个层面: 上面是水, 中间是溶液, 下面是硫磺结晶。当上层水温与溶液温度相当时, 吸出上面水层, 重新更换新冰纯水并搅动数次, 待结晶全部析出后, 将结晶在真空干燥箱内晾干后, 70~80℃烘干。

工艺流程图



注意事项

- (1) 二硫化碳易燃、剧毒, 必须做好安全准备和劳动保护工作。
- (2) 车间所有设备要有接地装置。
- (3) 车间要有通风设施, 电器要有防爆处理。

镍粉 Nickel powder

1-02

分子式 Ni 分子量 58.70

性质 灰黑色粉末, 在空气中不稳定易于氧化。

用途 本产品主要用于新型材料。

制备方法

原理 采用碱式碳酸镍被水合肼还原来制备。



工艺 合成罐中加入 20kg 碱式碳酸镍、100L 纯水。加入 10L 80% 的水合肼溶液, 加热; 注意反应现象: 沉淀由浅绿色逐渐变蓝, 并伴有气泡产生; 沉淀中有较多气泡产生时, 立即把加热温度降低。当沉淀中有大量气泡产生时, 停止加热, 当溶液中产生的气泡快要溢出时, 立即加入少量纯水, 使产生的泡沫降低到不致溢出的程度, 此时沉淀也逐渐变成黑色球状。气泡逐渐减少后, 继续

加热，直到不再产生气泡，沉淀也完全变黑；停止加热吸出上层清液；沉淀放入布氏漏斗中抽干；用 10L 纯水洗涤沉淀，再抽干；如此反复 8 次，抽干后用 95% 乙醇溶液浸泡，抽干；用乙醇共洗 3 次，再用氯仿抽洗 2 次并抽干，直至把水和乙醇洗净，沉淀形成极细的粉末。

铋粉 Bismuth powder

1-03

分子式 Bi 分子量 208.98

性质 深灰色或黑色粉末，性极脆，无延展性。熔点 271.3°C ，沸点 1560°C ，空气中不变化。在水中缓慢氧化成氧化物，能溶于 HNO_3 、浓 H_2SO_4 中。

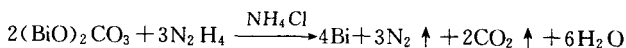
规格（企业参考规格）

含量/% $\geq$	99.9	铁/% $\leq$	0.002
铋/% $\leq$	89.7 ± 0.3	铜/% $\leq$	0.001
水分/% $\leq$	0.2	铅/% $\leq$	0.001
氯化物/% $\leq$	0.001	镍/% $\leq$	0.001
硫酸盐/% $\leq$	0.001	钠/% $\leq$	0.0015

用途 主要用于生产特种涂料、显像管行业。

制备方法

原理 铋粉可经次碳酸铋 $(\text{BiO})_2\text{CO}_3 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ 在催化剂 NH_4Cl 及还原剂水合肼 $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的作用下而得。



工艺 将 1000g 次碳酸铋加入 10L 三口烧瓶中，加入纯水搅拌至稀糊状，加入约 100g 氯化铵，使体系缓慢升温至 $70 \sim 80^{\circ}\text{C}$ ，用滴液瓶慢慢滴加稀释后的水合肼（30%~40%），约 350g，此时有气泡溢出，并开始呈灰白色泽，待水合肼全部加完后，继续加热保温 1h，并不断地搅拌，此时有大量的铋粉析出体系呈现黑色或深灰色。

将析出的铋粉在布氏漏斗中抽干，水洗至氯根不使硝酸银溶液呈现浑浊为止。

将洗好的铋粉移至干燥盘内，首先在 40~50℃烘箱内烘至大部分水分蒸发掉，搅动铋粉末，使其全部松散后，然后在 80~90℃温度下，继续烘干至含量 99.9% 为止，约 6~8h。

注意事项 合成过程中水合肼的加料速度也不宜太快，防止物料溢出。

安全防护 水合肼对人体有害，操作时穿戴好防护用品，并在通风条件下进行。

铜粉 Copper powder

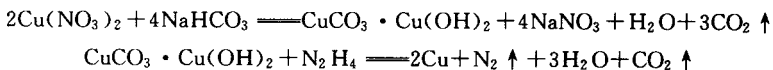
1-04

分子式 Cu 分子量 63.55

性质 红棕色粉末；不溶于水，溶于硝酸和热硫酸；暴露空气中易氧化。

制备方法

原理 采用硝酸铜和小苏打反应生成碱式碳酸铜，再用水合肼还原来制备。



工艺

(1) 50kg 小苏打加入 300L 纯水中，搅拌尽可能让其全部溶解。加入活性炭过滤清亮。

(2) 硝酸铜溶液去铁后，加入活性炭过滤清亮。

(3) 400L 不锈钢桶中加入 150L 滤好的小苏打溶液，搅拌约 10min 后，迅速加入滤好的硝酸铜溶液，加入的速度以产生的气泡不溢出为度；如果溢出，加入少量纯水；待反应的气泡消失后，继续搅拌 10min 后；立即把沉淀和清液全部放进带有油滤纸作衬的离心机中，用大量纯水洗涤沉淀，直至洗涤液中钠离子含量低于 0.005%；把甩干的沉淀浸泡在 95% 的乙醇溶液中，泡透后再甩干，如此反复 3 次，再用氯仿将沉淀泡透并甩干，如此反复 1 次，直到沉淀形成极细的粉末为止。

(4) 将 20kg 的碳酸铜放入夹套罐中加入 100L 纯水及 10L

80%的水合肼溶液，在搅拌下加热，如果反应激烈产生气泡溢出，加入少量纯水减缓反应；当反应中出现气泡有上升趋势，要控制加热的速度；当沉淀完全转化成红棕色沉淀时，继续煮沸 20min；吸出上层清液，将沉淀放入离心机中甩干，用 400L 纯水分数次洗涤沉淀，沉淀甩干后，把甩干的沉淀浸泡在 95% 的乙醇溶液中，泡透后再甩干，如此反复 3 次，再用氯仿将沉淀泡透并甩干，如此反复 2 次，直到甩干的沉淀形成极细的粉末；沉淀过筛后立即密封包装。

注意事项 合成终点为：取 10mL 合成好的清液过滤加小苏打滤液应无明显的浑浊。

银粉 Silver powder

1-05

别名 沉淀银

分子式 Ag **分子量** 107.87

性质 灰白色有金属光泽的粉末。溶于硝酸、热硫酸。不溶于水。

规格 HGB 3418—62（分析纯）

含量/% $\geq$	99.7	盐酸不沉淀物/% $\leq$	0.03
硝酸不溶物/% $\leq$	0.02		

用途 本产品主要用于分析试剂，催化剂，电子工业，合金制造。

制备方法

原理 采用甲酸铵还原硝酸盐的工艺路线。



工艺

(1) 硝酸银溶液的提纯 将用硝酸溶解而得的硝酸银溶液，加入氧化银搅拌，中控合格后过滤（10mL 滤液用过量氨水溶解后，应是无色透明溶液）。将滤液冲稀到密度为 $1.06\text{g}/\text{cm}^3$ 以下，加活性炭过滤清亮。

(2) 硝酸银溶液的还原 将 10kg 甲酸铵溶液溶于 50L 纯水中，放入合成罐中，再加入 200L 上述提纯的硝酸银溶液，初始生成白色甲酸银沉淀，随着沉淀银的析出，沉淀逐渐变灰，然后加

热，沉淀逐渐全部转化成海绵状的沉淀银。用氨水调 pH 值不低于 6，中控上层清液看银是否沉淀完全（10mL 上层滤液加 6mol/L 盐酸不应浑浊）。银沉淀完全，停止加热。沉淀沉降后，吸出上层清液，沉淀放入离心机中甩干，用纯水抖洗 5 次，甩干的沉淀放入烘箱中于 90℃ 烘干。

注意事项 银是贵金属，故反应过程中，必须保持沉淀银沉淀完全。保证银沉淀完全必须满足下列条件：①甲酸铵必须过量；②反应终点 pH 值必须大于 6，如果 pH 值偏酸，虽然甲酸铵过量，也还是有部分银沉淀不完全。沉淀银生产可以有許多不同的还原剂，选用甲酸铵是因为它对生产环境不构成污染。以前采用甲醛作还原剂时，整个环境均受到甲醛的污染。同时用甲酸铵作还原剂时，不产生难除去的杂质，可以保证生产的纯度。此工艺甚至可生产出 99.999% 的沉淀银。

金海绵 Goldsponge

1-06

分子式 Au 分子量 196.97

性质 暗黄色絮状物。溶于王水，溶于热硫酸和氰化钾溶液。不溶于酸。

规格 企业标准 IG 004-7311（化学纯）

含量/% ≥ 99.0

用途 本产品主要用于合金制造。

制备方法

原理 采用草酸还原氯金酸的工艺。



工艺

（1）氯金酸的制备 将 1kg 金锭用不锈钢锤砸成极薄的金片，再把金片铰成小片，小金片放在 3000mL 的烧杯中，用稀盐酸煮 5min，用纯水把金片冲洗干净，加入 200mL 试剂盐酸，分批次加入 600mL 硝酸，用硝酸的加入量来控制反应速度，当反应速度变缓后，将烧杯置于水浴上加热。无明显反应再加入下一批的硝酸。

硝酸全加完，反应明显减缓后，将溶液倒入另一烧杯中，在原烧杯中再加 2000mL 盐酸及硝酸直到所有金片完全溶解。将所有含金溶液放在水浴上蒸发。蒸发过程中，随时补充盐酸，用碘化钾淀粉试纸随时测试逸出的气体；当逸出的气体不再使碘化钾淀粉试纸变蓝以后，将含金溶液用 G3 的细菌漏斗过滤，用纯水将漏斗上的含金溶液淋洗下来。

(2) 还原氯金酸溶液 将 1kg 草酸加入 7L 纯水溶解，过滤清亮；把滤好的草酸加入上述氯金酸溶液中，在水浴上加热。此时有棕色的海绵金析出，溶液变浅，当金全部析出后，溶液变成无色，停止加热，倾出上层清液，沉淀放在布氏漏斗中过滤，用纯水淋洗沉淀至中性，抽干后将沉淀放在烘箱中于 90℃ 烘干。用王水将沾在漏斗上的金海绵溶解下来。

注意事项 金是特别贵金属，所以沉淀完全是整个生产的关键。王水将金片溶解完后，用盐酸去硝酸是很关键的一步，如果硝酸没有去净，会影响后面用草酸还原金这一步，硝酸的强氧化性会抑制草酸的还原作用。后面草酸的量也是保证还原完全所必须的。

碘 Iodine

1-07

分子式 I 分子量 126.9

性质 紫黑色晶体，有金属光泽，片状或块状，性脆，易升华，在常温下极易挥发生成紫黑红色的碘蒸气，难溶于水，易溶于酒精、醚、二硫化碳及碱金属的碘化物中，能与许多金属生成化合物。本品有刺激性臭味，有强腐蚀性和氧化性，有毒！相对密度 4.94，熔点 113.5℃，沸点 184.35℃。

温度/℃	0	10	20	30	40	50	60
溶解●度/g×10 ⁻²	1.62	1.9	2.9	1.0	5.6	7.8	10.6

规格 GB 675—93

● 在不同温度下，每 100g 水中所溶解物质的最大质量(g)，(下同)。

项 目	分析纯	化学纯
含量/% $\geq$	99.8	99.5
蒸发残渣/% $\leq$	0.005	0.02
氯及溴(以 Cl 计)/% $\leq$	0.005	0.01

用途 主要用于碘化物的合成。

制备方法

原理 由于碘的沸点低且在常温下有很大的蒸气压, 利用其升华的性质, 将它与一些不易挥发物质分离。

工艺 在 15L 玻璃烧瓶中, 加入工业碘约 25kg, 温度控制在 180~200℃之间, 升华时间约在 15h 左右, 升华完后, 将成品移出, 再进行另一个单元操作。

注意事项 升华时间和升华温度。时间短或温度高都将影响产品质量。本品不可与塑料制品接触, 以免产品的不挥发物不合格, 如果产品含量不合格, 需二次升华。

无砷锌粒 **Zinc free from arsenic granular** 1-08

分子式 Zn **分子量** 65.39

性质 灰白色的有光泽的金属颗粒。在干燥空气中稳定, 溶于烯酸并放出氢气。能溶于氨水和苛性碱中。沸点 913℃, 熔点 419.5℃。

规格 GB 2304—88 (分析纯)

硫酸不溶物/% $\leq$	0.04	砷/% $\leq$	0.00001
硫化合物(以 SO ₄)/% $\leq$	0.01	铅/% $\leq$	0.01
铁/% $\leq$	0.01		

用途 主要用于分析试剂, 测含砷物质时做参比标准。

制备方法 取 1kg 无砷 (As $\leq$ 0.00001%) 的金属锌锭放入石墨坩锅中, 加热至 400~450℃, 使其全部熔解, 然后将熔解的金属锌慢慢加入带有若干微孔的不锈钢容器中, 并使不锈钢容器不断振动, 液态的锌将从微孔中漏出至预先准备好的装有纯水的容器中, 形成直径约 2~2.5mm 的颗粒状锌粒。取出锌粒, 尽量使其与纯水分离烘干。

注意事项

- (1) 微孔不锈钢容器需自制，其孔径约为 $0.2\sim 0.3\text{mm}$ 。
- (2) 微孔不锈钢容器底部应距水面 $4\sim 5\text{mm}$ 。
- (3) 金属锌应该保持很好的液态。
- (4) 操作时应保持不锈钢容器不停的振动，但不可过于剧烈。
- (5) 操作时，微孔容器离水面应有合适的距离，如太远，则形成的颗粒不规则；太近，则水花溅起过人，易产生不安全因素。
- (6) 熔融时的锌温度需合适：如温度过高，锌入水会散开，形不成适当颗粒；温度过低，则液态锌还未流入筛孔即固化，堵塞筛孔影响生产的正常进行。