

**本书由中国科学院郑兰荪院士
审定编写大纲**

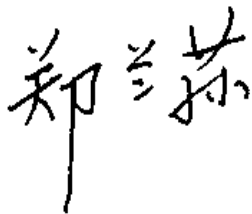
序

无机化学作为一门历史最为悠久的化学学科之一,与其他化学分支学科相比,近百年来发展速度相对不快。然而,近年由于在纳米科技、尤其是在纳米材料(包括以纳米孔洞等纳米结构为主要特征的无机和无机-有机杂化材料)制备上取得的突出进展,使得这门古老的学科又焕发了青春活力,并且带动了相关学科的发展。

通过近年来的快速发展,我国的无机化学学科已经改变了过去的“弱势”地位,为我国化学学科的均衡发展与国际竞争能力的增强,做出了较为突出的贡献。据统计,我国研究人员近几年在几个国际最高水平化学期刊上所发表的论文中,与无机化学学科有关的工作占了将近一半。与此相适应,我国无机化学学科的研究队伍、特别是研究生的队伍也增长得较快。因此,根据无机化学学科近年快速发展的态势,编写新的研究生教材,及时地更新与充实研究生的基础知识,使研究生的培养与教育适应学科的发展,已成为一个迫在眉睫的任务。华东理工大学出版社所出版的“化学与应用化学”研究生教学用书之无机化学部分共有多本教材,包括《高等无机化学》、《高等无机合成》、《高等配位化学》等,正顺应了学科发展的迫切需要,必将为我国无机化学学科人才的培养,做出积极的贡献。

近年我国无机化学学科的快速发展,既是由于国际前沿学科发展的推动,也是由于国内该学科的研究人员注重发挥我国在合成化学上的优势,注重对合成产物结构(包括形态)的表征和研究,注重无机化学与有机化学等其他化学分支学科的交叉与合作。然而,无机化学学科要取得进一步的发展,还需要注重合成产物的功能,将无机化合物的结构与性能紧密地关联起来,而且还要注重与生命科学等非化学学科的交叉与融合。令人欣喜的是,这些知识与领域在这套教材中都得到较为充分的阐述。我相信,这套教材能够使研究生了解当今无机化学学科的发展趋势和最新科研进展,拓宽和培养研究生的科学素养和学术视野,从而为我国无机化学研究队伍的培养夯实基础。

中国科学院院士



前 言

“高等无机合成”是一门专业基础课程,适用于化学、化工及无机材料合成等专业的硕士生或博士生。本书以培养学生无机合成技术技能为出发点,以培养学生独立从事科学研究能力为目标,从不同角度阐述无机合成的基本技术原理和当前受到普遍关注的合成技术问题。

全书内容分为两个部分,共10章。第一部分为基础篇,包括反应前驱物或化学试剂的纯化与预处理;反应装置或设备的准备与选择;无机合成中涉及的常用合成技术与表征方法等。第二部分为技术篇,即特殊形态、晶态或特殊结构物质控制合成与组装技术,包括单晶的合成;不同尺寸与不同形状颗粒控制制备技术;颗粒分散与团聚技术;有序微粒、微孔(超晶格结构)组装技术;以及无机-有机复合、杂化技术等,书中还将介绍和讨论这些合成技术在新材料或功能化合物合成中的应用。需要指出的是,书中“金属醇盐的合成”一章属于有机与无机反应领域的交叉。它不仅仅提供一类重要的前驱物合成技术,同时它具有代表性作用,是今后无机合成不可忽视的方向,因为科技发展趋势是取消有机与无机学科的界限。考虑到内容的连贯性,基础篇与技术篇内容间没有严格的界限。

纵观全书各部分,从前驱物的合成、反应介质/反应装置的准备与选择,到不同晶态(形态)、不同功能化合物或材料的制备技术,到物质纯化,再到化合物的表征;横看每部分内容安排,从分子有序自组装技术(单晶合成),到微粒/微孔有序组装(超晶格结构)技术,包括了分子结构与形状、颗粒形态与晶态、颗粒分散与团聚、无机-有机相连接与化学键连接等无机合成中碰到的基本技术问题。书中各部分内容安排既包含经典合成方法又包含当代先进合成技术;同时还介绍了这些技术在新材料或功能化合物合成中的应用。

本书在多年教学基础上,结合了多人的研究经验和国内外一些先进实验室普遍采用的合成与制备技术编写而成。不仅适用于研究生、博士生,对从事化工、材料合成的科研专业人员及生产企业的工程技术人员也具有重要的指导和参考价值。本书通俗易懂、简明扼要、便于自学。为便于学生对重点内容的理解和掌握,书中每章后附有思考题。

本书由大连理工大学化工学院宁桂玲主编,具体分工如下:大连理工大学化工学院刘淑芹,第1章;江苏工业学院化学工程系陈若愚,第2章;大连理工大学化工学院安永林,第3章;北京交通大学理学院朱红、王芳辉,第4章;大连理工大学化工学院宁桂玲,第5、6、10章;上海交通大学化学化工学院舒谋海,第7章;大连理工大学化工学院仲剑初,第8、9章。

鉴于无机合成技术正处在不断发展的过程中,书中难免存在不足之处,敬请教师、学生和读者给予指正。

编 者

符号及常用物理量说明表

a 活度或微量组分的原始总量(%)	f 透镜焦距(cm)
a 晶胞参数(nm)	F 力(N)
A 吸光度(%)	g 重力加速度($\text{N} \cdot \text{kg}^{-1}$)
b. p. 沸点($^{\circ}\text{C}$)	Gy 戈瑞(Gray, 简称 Gy)
b 常量组分的原始总量(%)	h, k, l 衍射指数
$B_{1/2}$ 衍射峰的半高宽(nm)	h 沉降高度(cm)
c 光速、物质浓度或含量($\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}, \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}, \%$)	h 普朗克常数($\text{J} \cdot \text{s}$)
c 浓度($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), 强电解质的物质的量浓度($\text{mol} \cdot \text{cm}^{-3}$)	H 焓(kJ/mol)
C 电容(F)	I_0 纯物质的 X 射线荧光强度
C_0 真空电容(F)	I 某待测元素谱线强度或电子电离能(eV)
$C_p, C_p', C_p'', C_p^{\circ}$ 摩尔定压热容($\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)	I_i X 射线荧光强度
d 颗粒粒径、Airy 斑直径或晶面间距($\mu\text{m}, \text{nm}$)	k 化学键力常数($\text{N} \cdot \text{cm}^{-1}$)
d_r^i 相对密度	K_{sp} 活度积
d_{hkl} 沿 $[hkl]$ 方向平面间距(nm)	K_B^{Δ} 离子交换选择性系数
D 共结晶系数或扩散系数($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	K 平衡常数
D_p 颗粒粒径($\mu\text{m}, \text{nm}$)	K_{sp} 溶度积
D_A 离子 A 的分配比	K 衍射峰形的谢乐常数
D 沿晶面垂直方向的厚度或颗粒直径($\mu\text{m}, \text{nm}$)	l 粒子间距离(nm)
e 电子电荷(C)	m 光散射阶数(如一阶、二阶散射)
e_{aq}^{\ominus} 水合电子	m 质量(g)
$E_{超}$ 超电势(V)	m. p. 熔点($^{\circ}\text{C}$)
E 萃取率	$[M]$ 离子或物质的浓度($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)
E_b 电子结合能(eV)	n_s 光子晶体晶格平均折光指数
E_v 分子振动能(eV)	n_0 溶液的粒子浓度(mol/cm^3)
E_k 光电子的动能(eV)	n 衍射级数
$E_{理}$ 理论电动势(V)	n 振动量子数
E 摩尔汽化热(kJ/mol)	N_A 阿伏加德罗常数
$E_{内}$ 电解池内部电压降(V)	N 导电电子数(个)
E 能级能量或分子振动总能量(eV)	q 电量(C)
E_c 双电层间相互作用能(J)	Q_i 离子积
$E_{外}$ 电解池外接电路电压降 (V)	r 固体表面粗糙度系数
E_r 原子的反冲能量或分子转动能(eV)	r 距离(m)
f 活度系数	r 粒子半径(nm)
	R 固体层的绝对反射率

R_A 颗粒 A 的粒径尺寸(nm)	$\Delta_r G^\ominus$ 标准反应吉布斯自由能变(kJ · mol ⁻¹)
R_B 颗粒 B 的粒径尺寸(nm)	$\Delta_r H_m^\ominus$ 标准摩尔反应焓变(kJ · mol ⁻¹)
R 相比或协萃系数	$\Delta_r S_m^\ominus$ 标准摩尔反应熵变(J · mol ⁻¹ · K ⁻¹)
Re 雷诺数	ΔH^\ominus 标准热焓的变化(kJ · mol ⁻¹ , kJ · kg ⁻¹)
S 溶解度(g/100 g 溶剂)	ΔH 混合焓变(kJ · mol ⁻¹)
S 散射系数(cm ⁻¹)	ΔT 试样和参比物的温差(K)
t 沉降时间或热分析时间(s, min)	λ 波长(nm)
T 绝对温度(K)	θ 布拉格衍射角(rad)
T_{ad} 绝热燃烧温度(K)	Λ 分配常数
T_r 转变温度(K)	ρ_d 分散介质密度(g · cm ⁻³)
$\tan\delta$ 损耗因子	ρ_p 颗粒密度(g · cm ⁻³)
u_i 粒子重力沉降速度(m · s ⁻¹)	ρ 密度(kg/m ³)
V_A 范德瓦尔斯作用能(J)	μ 分散介质黏度(Pa · s)或原子折合质量(kg)
V 摩尔体积(m ³ /mol)	μ 化学势(J · mol ⁻¹)
V_k 双电层作用能(J)	Φ 功函数
V_T 总作用能(J)	ϵ 介电常数
W_i i 的含量(%)	δ 界面层厚度(nm)
x 微量组分进入固相的量(%)	φ_0 粒子的 zeta 电势(mV)
y 常量组分进入固相的量(%)	ϕ 体积分数
Z 原子序数	κ 摩尔吸光系数(L · mol ⁻¹ · cm ⁻¹)
α_1^0 分离系数	δ 能级间距(cm ⁻¹)
β 分离系数	δ 溶解度参数((kJ/mol · m ³) ^{1/2})
γ 表面张力(N · m ⁻¹)	ν 频率(Hz)
γ_{SG} 固气间的表面张力(N · m ⁻¹)	ξ 阻力系数
γ_{SL} 固液间的表面张力(N · m ⁻¹)	
γ_{LG} 液体与其本身蒸气之间的表面张力(N · m ⁻¹)	

英文缩写词表

1D、2D、3D 分别表示1维、2维和3维结构	EPMA 电子探针微区分析
AAO 多孔阳极氧化铝模板	EtOH 乙醇
AAS 原子吸收光谱	<i>fac</i> - 面-
acac 乙酰丙酮,乙酰丙酮根	<i>fcc</i> 面心立方
AES 俄歇电子能谱	GIC 石墨插入层化合物
AFM 原子力显微镜	<i>hcp</i> 六方
AN 乙腈	HG-CB 导电炭黑
AOT 琥珀酸二(2-乙基己基)酯磺酸钠	ICP-AES 电感耦合等离子体发射光谱
bipy 2, 2'-联吡啶	IR 红外光谱
BPY-PEO 联吡啶基改性聚乙烯氧化物	ISC 接枝羧基淀粉
Bu ^t OH 异丁醇	KTP 磷酸钛钾
Bu ⁿ OH 正丁醇	LDH 水镁石
BuOH 丁醇	LEED 低能电子衍射
Bu ⁱ OH 叔丁醇	LF excited state 配位场激发态
CBE 化学束外延	LF transition 配位场跃迁
<i>cis</i> - 顺-	M(OR) _n 金属醇盐(M=金属; R = Et, Pr ⁿ , Pr ⁱ , Bu ⁿ , Bu ⁱ , 如 Al(OPr ⁿ) ₃ = 异丙醇铝)
CIT 柠檬酸盐	MBE 分子束外延
Cp 环戊二烯基, C ₅ H ₅ -	Me 甲基
CT 电荷迁移	MeOH 甲醇
CTAB 十六烷基三甲基溴化铵	<i>mer</i> - 经-
CTLM 电荷由配体向金属迁移	MOCVD 金属有机物化学气相沉积
CTML 电荷由金属向配体迁移	Mont 蒙脱土
CVD 化学气相沉积法	NTA 三乙酸胺
DEHSS 二(2-乙基己基)磺基丁二酸酯	PBC 周期键链
DLVO 由 Derjagin、Landau、Verwey、Overbeck 四人提出,表示关于形态微粒之间的相互作用能与双电层排斥能的计算方法	PC 聚碳酸酯
DMF N, N-二甲基甲酰胺	PDADMAC 聚二烯丙基二甲基氯化铵
DMSO 二甲基亚砷	PEG 聚乙二醇
DSC 差式扫描量热法	PEt ₃ 三乙基磷
DTA 差热法	phen 邻菲罗啉
en 乙二胺	PP 聚丙烯
EPC 环氧氯丙烷	PPS 聚苯硫醚
EPDM 三元乙丙橡胶	Pr ⁿ OH 异丙醇
	Pr ⁱ OH 正丙醇

PS 聚苯乙烯	THF 四氢呋喃
PVC 聚氯乙烯	TMAOH 氢氧化四甲基铵
Py 吡啶	TOB 四辛基溴化铵
RHEED 反射高能电子衍射	<i>trans</i> - 反-
SEM 扫描电子显微镜	TSC 柠檬酸三钠
SHS 自蔓延高温合成	UFD 超细微粉
Span 失水山梨糖醇酐单油酸酯	UPS 紫外光电子能谱
STM 扫描隧道显微镜	UVA 长波紫外线
TAA 硫代乙酰胺	UVB 短波紫外线
TAAOH 氢氧化四烷基铵	W/O 油包水
TBAOH 四丁基氢氧化铵	XPS X射线光电子能谱
TEAOH 四乙基氢氧化铵	XRD X射线衍射
TEM 透射电子显微镜	XRFS X射线荧光光谱
TEOS 正硅酸乙酯	YAG 钇铝石榴石
TG 热重法	

内 容 提 要

全书内容分为两大部分,共10章。第一部分为基础篇,包括1、2、8、9章;第二部分为技术篇,包括3、4、5、6、7、10章。考虑到内容的连贯性,基础篇与技术篇内容间没有严格的界限。具体内容分为5个主题:第1、2章,介绍无机合成中应掌握的基本技能和一些常用的合成装置及其技术原理;第3~7章,以无机合成中最常见的关键技术为导向,介绍了单晶、超细颗粒(通常非晶)、无机与有机界面连接、无机与有机分子连接、无机微粒定向组装等控制合成技术,并讨论了这些技术在功能材料合成中的应用;第8章,介绍在无机合成反应中几种常用的分离纯化技术及其适用场合;第9章,介绍几种重要的分析与表征技术及其在无机合成中的应用;第10章,介绍各种金属醇盐的合成和其中痕量杂质的脱除技术,此技术产品也是本书部分内容涉及的重要前驱物。

本书适用于化学、化工及无机材料合成等专业的硕士生或博士生,对从事化工、材料合成的科研专业人员及生产企业的工程技术人员也具有重要的指导和参考价值。

目 录

第1章 无机合成的基本理论与技术	1
1.1 溶剂的选择与提纯	1
1.1.1 溶剂的性质	1
1.1.2 溶剂的分类	5
1.1.3 溶剂的选择	7
1.1.4 溶剂的提纯	10
1.1.5 溶剂的安全使用	14
1.1.6 溶剂的回收处理	18
1.2 气体的净化与分离	20
1.2.1 常用气体的获得	20
1.2.2 气体钢瓶的安全使用	21
1.2.3 气体的纯化	22
1.2.4 沸石分子筛对气体的吸附与分离	24
1.3 惰性气体保护技术与装置	25
1.3.1 提供惰性气流的装置	26
1.3.2 Schlenk 类型的玻璃仪器	26
1.3.3 惰性气流手套袋和手套箱	27
1.3.4 液体转移技术	27
1.4 常用清洗干燥技术	28
1.4.1 容器的清洗	28
1.4.2 玻璃容器的干燥	30
1.4.3 干燥器的使用	31
1.5 低温的获得	31
1.5.1 冰盐共浴体系	31
1.5.2 干冰浴	31
1.5.3 液氮	31
1.5.4 相变致冷浴	32
参考文献	32
思考题	32

第2章 常用的无机合成方法	34
2.1 光化学合成	34
2.1.1 光化学合成原理与概念	34
2.1.2 光化学合成技术和装置	35
2.1.3 光化学合成在无机合成中的应用	37
2.2 电化学合成	40
2.2.1 水溶液体系的电化学合成	40
2.2.2 熔盐体系的电化学合成	44
2.2.3 非水体系的电化学合成	45
2.3 高温合成	48
2.3.1 Ellingham 图及其应用	48
2.3.2 化学气相转移法	50
2.3.3 高温固相反应	53
2.3.4 自蔓延高温合成	55
2.4 水热与溶剂热合成	56
2.4.1 基本概念	57
2.4.2 水热合成的技术和装置	59
2.4.3 水热合成在无机合成中的应用	60
2.5 微波合成	63
2.5.1 基本概念与原理	63
2.5.2 微波合成的技术和装置	64
2.5.3 微波合成在无机合成中的应用	66
2.6 其他合成技术与装置	69
2.6.1 等离子体合成方法	69
2.6.2 激光化学合成	72
2.6.3 化学气相沉积法	74
参考文献	77
思考题	78
第3章 晶体生长与合成	80
3.1 晶体合成概论	80
3.1.1 晶体的产生与晶体生长	80
3.1.2 人工晶体的发展	82
3.1.3 人工晶体的分类	83
3.2 晶体生长基础	83
3.2.1 相变过程及晶体生长的推动力	83

3.2.2	成核	84
3.2.3	晶体生长的界面过程	86
3.2.4	晶貌控制	88
3.3	晶体的生长方法和技术	89
3.3.1	气相生长	89
3.3.2	常温常压下溶液中晶体生长方法	93
3.3.3	水热法	96
3.3.4	助熔剂法	96
3.3.5	从熔体中生长晶体	98
3.3.6	高温高压法	101
3.3.7	蛋白质晶体生长	101
	参考文献	102
	思考题	103
第4章	纳米粒子与超细材料合成	104
4.1	纳米粒子的结构特征与特性	104
4.1.1	纳米粒子的结构特征	104
4.1.2	纳米粒子的特性	105
4.2	超细粒子合成技术	106
4.2.1	超细粒子合成技术概要	106
4.2.2	物理法	107
4.2.3	化学法	109
4.2.4	综合法	115
4.3	颗粒团聚与分散	115
4.3.1	颗粒团聚现象	115
4.3.2	颗粒团聚机理	116
4.3.3	防止团聚的分散方法	118
4.4	颗粒形貌控制合成研究	121
4.4.1	颗粒形成与形貌控制原理	121
4.4.2	颗粒形貌控制合成方法	125
4.5	氧化铝纳米粉体合成	126
4.5.1	纳米氧化铝粉体概要及其应用	126
4.5.2	球形纳米氧化铝的制备方法	127
4.5.3	纤维状纳米氧化铝的制备方法	128
4.5.4	其他形貌纳米氧化铝粉体的制备方法	128
4.6	氧化铁纳米粉体制备	129

4.6.1 纳米氧化铁概要	129
4.6.2 磁性氧化铁纳米粉体的制备	129
4.6.3 纳米氧化铁的应用	130
4.7 其他功能粉体材料制备	131
4.7.1 纳米 CaCO_3 粉体的制备	131
4.7.2 纳米 TiO_2 粉体的制备	133
4.7.3 纳米 SiO_2 粉体的制备	135
4.7.4 纳米炭黑粉体的制备	137
4.7.5 纳米金刚石粉体的制备	139
4.7.6 纳米 SiC 粉体的制备	141
4.7.7 纳米 ZnO 的制备	142
4.7.8 纳米 NiO 粉体的制备	144
参考文献	145
思考题	147

第5章 复合结构及有机-无机杂化结构材料合成 148

5.1 复合结构与杂化结构的概念及分类	148
5.1.1 复合结构概念及分类	148
5.1.2 杂化结构概念及分类	149
5.2 固体表面界面及界面化学	151
5.2.1 固体表面结构	151
5.2.2 固体表面的性质与特性	152
5.2.3 固体表面的润湿特性	153
5.2.4 影响润湿的因素	154
5.2.5 固体表面吸附	154
5.3 无机颗粒表面修饰	155
5.3.1 表面修饰的作用与应用	155
5.3.2 表面改性方法	156
5.4 复合材料合成技术	162
5.4.1 复合材料界面特征	162
5.4.2 复合结构制备技术的主要类型与特点	163
5.4.3 复合结构材料合成方法	163
5.5 有机-无机杂化材料合成技术	166
5.5.1 杂化材料结构特性	166
5.5.2 有机-无机杂化材料制备方法	166
5.6 纳米杂化/复合阻燃材料合成	171

5.6.1 纳米阻燃材料的发展	171
5.6.2 氢氧化镁/氢氧化铝阻燃机理	171
5.6.3 氢氧化镁阻燃电缆材料合成	172
参考文献	173
思考题	174
第6章 有序纳米结构及核-壳结构的定向合成与组装	175
6.1 基本概念与特性	175
6.1.1 基本概念	175
6.1.2 有序纳米结构的特性	180
6.2 有序纳米结构合成技术	181
6.2.1 有序纳米结构自组装原理	181
6.2.2 有序纳米结构的分子识别自组装	182
6.2.3 纳米有序结构的模板控制组装	195
6.3 有序纳米结构组装技术在功能材料合成中的应用	200
6.3.1 在光子晶体材料合成中的应用	200
6.3.2 在特殊催化材料合成中的应用	201
6.4 核-壳结构与空心球的制备	202
6.4.1 核-壳结构形成原理	202
6.4.2 核-壳结构合成技术	203
6.4.3 核-壳结构合成技术的应用	208
6.4.4 纳米结构空心球的合成	210
参考文献	210
思考题	212
第7章 配位化合物的合成	213
7.1 经典配合物合成方法	214
7.1.1 直接法	214
7.1.2 取代与交换反应	217
7.1.3 氧化还原反应	220
7.1.4 模板法合成配合物	222
7.1.5 水热、溶剂热法合成配合物	228
7.1.6 固相法合成配合物	230
7.1.7 特殊配合物的制备	232
7.2 簇状化合物的合成	236
7.2.1 含羧基簇状化合物的合成	237

7.2.2 非羰基金属簇的合成	240
7.3 金属有机化合物的合成	242
7.3.1 主族金属有机化合物的合成	242
7.3.2 金属烯烃配合物的合成	246
7.3.3 金属茂配合物的合成	249
参考文献	252
思考题	253
第8章 分离与纯化	254
8.1 沉淀与共沉淀法	255
8.1.1 沉淀与共沉淀法分离原理	255
8.1.2 沉淀剂与共沉淀剂的种类、选择及用量	261
8.1.3 沉淀与共沉淀法的应用	264
8.2 离子交换法	265
8.2.1 离子交换法基本原理	266
8.2.2 离子交换剂类型与性能	269
8.2.3 离子交换平衡及离子交换动力学	271
8.2.4 离子交换的应用	274
8.3 化学萃取	277
8.3.1 化学萃取概述	278
8.3.2 化学萃取平衡	279
8.3.3 化学萃取原理	281
8.3.4 影响萃取的各种因素	286
8.4 其他分离与纯化方法	291
8.4.1 重结晶法	291
8.4.2 区域熔融法	292
8.4.3 升华	293
8.4.4 其他方法	294
参考文献	295
思考题	296
第9章 化合物的分析和表征	297
9.1 元素分析	297
9.1.1 有机元素分析	297
9.1.2 无机元素分析	298
9.2 粒度分析	300

9.2.1 粒度分析方法	300
9.2.2 粒度分析样品制备	303
9.3 热分析	303
9.3.1 热分析法原理	304
9.3.2 热分析的应用	306
9.4 X射线结构分析	308
9.4.1 X射线衍射原理	308
9.4.2 X射线衍射分析的应用	309
9.5 微结构电子显微分析	312
9.5.1 透射电子显微镜(TEM)	313
9.5.2 扫描电子显微镜(SEM)	315
9.5.3 电镜分析的应用	317
9.6 分子结构的振动光谱分析	318
9.6.1 红外光谱	319
9.6.2 拉曼光谱	319
9.6.3 振动光谱的应用	320
9.7 电子能谱	323
9.7.1 电子能谱原理	323
9.7.2 电子能谱的应用	325
参考文献	326
思考题	327
第10章 金属醇盐的合成	329
10.1 醇盐的概念、命名与合成原理	329
10.1.1 醇盐的概念与命名	329
10.1.2 醇盐的合成原理	330
10.2 金属醇盐的直接法合成	331
10.2.1 金属与醇直接反应	331
10.2.2 催化剂存在下直接反应	331
10.3 金属醇盐的间接法合成	333
10.3.1 电化学法合成	333
10.3.2 金属卤化物与醇反应	335
10.3.3 醇交换及其他间接法合成	337
10.4 双金属醇盐的合成	338
10.4.1 双金属醇盐的基本特性与合成原理	338
10.4.2 双金属醇盐的合成方法	339

10.5 醇盐的分离与纯化	341
10.5.1 醇盐的减压蒸馏纯化技术	341
10.5.2 醇盐的萃取法纯化技术	344
10.5.3 醇盐的配合蒸馏纯化技术	345
10.5.4 醇盐的结晶与配合-结晶法纯化	346
10.6 醇盐的分析与表征	348
10.7 几种典型醇盐的合成与表征	349
10.7.1 异丙醇铝的直接法合成、纯化与表征	349
10.7.2 镁醇盐的合成与表征	350
10.7.3 钛醇盐的合成	352
10.7.4 铝镁双金属醇盐的合成	353
参考文献	353
思考题	355
主题索引	356

第 1 章 无机合成的基本理论与技术

本章引言

无机合成离不开溶剂(主要是指有机溶剂)和玻璃仪器。在无机合成中,常常根据反应的特点和要求选用适当的溶剂,以便反应能够顺利地进行,同时为了避免环境污染、损害人类健康,也为了节约资源,反应后的溶剂需要回收、精炼、再利用。有些无机合成反应或有些有机溶剂对水或空气是极其敏感的,因此这类反应必须在无水、无氧的条件下进行,而且这类化合物的分离纯化、分析鉴定必须使用无水无氧操作技术。这就要求无机合成工作者掌握常用有机溶剂的性质、纯化、选择、回收以及无水无氧或真空操作技术。另外,整个实验过程从溶剂纯化到反应进行再到产物分离和溶剂回收都必须使用清洁的非一次性的玻璃仪器,所以了解并掌握玻璃仪器的清洗干燥技术对无机合成人员来说也是必需的。正是由于上述原因,本章将主要介绍无机合成化学的基本理论和技术,主要涉及溶剂的选择与提纯、气体的净化与分离、惰性气体保护技术与装置、常用清洗干燥技术、低温获得技术等。

1.1 溶剂的选择与提纯

溶剂作为无机合成反应中必不可少的部分,对反应过程及结果有很大的影响。它不仅为反应提供“反应场所”,而且可以使化学平衡和化学反应的速率发生改变。因此,在无机合成技术中,首先必须了解和掌握溶剂方面的基本知识及相关的处理技术。在这一节里,主要介绍溶剂的性质、分类和纯化技术。

1.1.1 溶剂的性质

溶剂的性质有许多,这里只简单地介绍与无机合成反应有关的几种主要性质,掌握这些性质将有助于正确选择和合理使用反应溶剂。

1. 蒸气压

在一定温度下,向真空容器中注入纯净的某液体,当该液体与其蒸气达到平衡时的压力称为该液体在该温度下的饱和蒸气压,简称蒸气压。蒸气压一般随着温度的升高而增大;当该真空体系由两相转变成一相时,此时的温度称为临界温度。如果该容器为非真空容器,并向其中注入液体进行加热,当蒸气压与外界压力达到平衡时,液体开始沸腾。饱和蒸气压随