

大学化学实验教学示范中心系列教材

◎ 总主编 李天安

无机物制备

主编 柴雅琴 莫尊理 周娅芬 岳 凡 杨 骏



科学出版社

大学化学实验教学示范中心系列教材

总主编 李天安

无机物制备

主编 柴雅琴 莫尊理 周娅芬
岳 凡 杨 骏

科学出版社

内 容 简 介

本书是依据《高等学校化学类专业指导性专业规范》并基于一级学科平台、以“方法”为中心的实验教学思路编写的,是“大学化学实验教学示范中心系列教材”的第五册。全书共7章。绪论简述了无机物制备的路线设计、技术和产物表征,第1章~第5章依次讨论一般无机物、配合物、无机高分子、单晶材料、无机精细化工产品的制备方法,在简述技术基本原理的基础上,重在讨论技术的应用。全书编排基础实验35个、综合实验9个和设计实验3个。实验项目既注重大学化学实验的基础性,又力求涉及多个知识点,避免就项目论“项目”,有利于学生举一反三。写作方式注意与中学化学实验的衔接,利于自学,便于发挥学生的学习主体性,培养创新能力。

本书可作为高等师范、高等理工和综合性院校化学化工专业本科生实验教材,也可供相关专业教学、科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机物制备 / 柴雅琴等主编. —北京: 科学出版社, 2014. 1

大学化学实验教学示范中心系列教材

ISBN 978-7-03-039558-0

I. ①无… II. ①柴… III. ①无机物-制备-高等学校-教材 IV. ①O611

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 009842 号

责任编辑:陈雅娴 / 责任校对:郭瑞芝

责任印制:阎 磊 / 封面设计:迷底书装

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

保定市中国画美凯印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2014年1月第 一 版 开本:720×1000 B5

2014年1月第一次印刷 印张:13

字数:262 000

定价:32.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

大学化学实验教学示范中心系列教材

编写委员会

总主编 李天安

编 委(按姓名汉语拼音排序)

鲍正荣 柴雅琴 刘全忠 马学兵

彭敬东 彭 秧 王吉德 杨 武

杨志旺 袁 若

丛 书 序

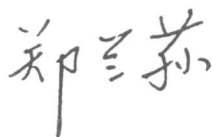
进入 21 世纪以来,我国高等教育逐步转入“稳定规模、提高质量、深化改革、优化结构、突出特色、内涵发展”的阶段。国家通过精品课程建设、示范中心建设、教学评估等系列“质量工程”,和颁布《国家中长期科学和技术发展规划纲要(2006—2020 年)》,促进教学质量的提高。高校按照“加强基础、淡化专业、因材施教、分流培养”的方针,积极推进人才培养模式、教学体系、教学内容和教学方法改革,取得了许多有益的经验。教育部颁发的《高等学校化学类专业指导性专业规范》对于兼顾教学内容“保底”和发挥学校特色是一个纲领性的文件。

在这个大背景之下,西南大学等西部四校合作编写的“大学化学实验教学示范中心系列教材”由科学出版社修订出版。这应该是一项非常有益的工作。

首先,教材秉承一级学科平台的编写思路。教材整合传统二级学科的基础内容,按照认知规律形成相互独立又相互联系的课程体系,既体现了“规范”突破传统二级学科壁垒,站在一级学科层面上形成系统连贯学科思维的育人思路,又使“规范”所列最基本知识点落实到能够体现地区高校特色的可操作的具体课程体系中。

其次,教材有自己的理念。化学有实验学科之说,戴安邦先生也有“实验教学是实施全面化学教育最有效的教学形式”的名言。不过,化学实验中究竟教学生什么一直是一个争论的问题。教材编写者对此的回答是:应当教的是“方法”而非知识本身。教学改革是一项复杂而长期的探索活动,愿所有的教育者都成为探索者。

西部高校承载了地区百姓和社会的更多期待,虽然目前其教学条件、规模水平仍有待提高,但是,我们欣慰地看到,西部高校老师正在努力。



2013 年 6 月 15 日

序

2005年,时值各地积极推进实验教学示范中心建设,新、甘、川、渝地区几所高校化学同仁聚会重庆,交流各自实验教学改革的心得。与会代表认为,以“方法”为中心的实验教学理念符合当前化学实验教学改革的 basic 趋势,符合教育部关于实验教学示范中心建设标准的要求,是创建一级学科教学平台有力的思想工具。经多年来的努力,尽管横向看东西部教育差距不可否认,但纵向看西部高校已今非昔比。因此,合力开发既满足学科教学需要,又反映地区教学改革成果教材的时机已经成熟。

本系列教材遵循实验教学示范中心建设标准,定位于满足一般高校化学类专业基础实验教学,按一级学科模式,把实验教学示范中心建设标准规定的全部教学内容划分为六册。

《化学基础实验(I)》和《化学基础实验(II)》为第一层次,为化学各二级学科共有或相关的一些操作、技术、物质性质检测。该层次的教学核心是“练”,主要通过现有知识的学习和训练,使学生能够在一定程度上举一反三。从认知心理水平讲,就是接受现有的实验研究技术和有关知识,明确“是什么”(what)。

《理化测试(I)》和《理化测试(II)》为第二层次,强调物质的关系、行为和反应动态。该层次的教学核心是“辨”,主要通过各种物质的量、反应过程理化参数的描述,使学生了解在化学研究中如何认识物质关系、反应和控制过程。从认知层面上讲,就是认识化学现象的本质原因及其描述方法,理解“为什么”(why)。

《无机物制备》和《有机物制备》为第三层次,强调按照一定的要求,根据相关的知识选择、设计合适的技术,创造新物质。该层次的教学核心是“做”,主要在于知识、技能、条件的综合应用。从认知层面上讲,要求根据需要创造性地解决问题,实现“怎么办”(how)。

本系列教材于2006年由西南师范大学出版社出版试用以来,一方面通过校际交流推进了合作学校的教学改革,取得了一定的成果,另一方面相继发现了教材中存在的问题。在科学出版社的支持下,本系列教材得以重新修编出版。

本次修订以《高等学校化学类专业指导性专业规范》为根本依据,调整知识点在各册的分配,按照学科发展和国家标准修订,更新引用技术、补充完善原有知识点或压缩篇幅,对初版中的错误、笔误、表达晦涩处进行校对和纠正。除此之外还作了如下两方面较明显的变动:

(1) 强化基础。与实验教学示范中心建设标准相比,《高等学校化学类专业指

导性专业规范》更加强调基础,新增了玻璃加工和一些基本物质参数和常规实验技术,修订中都全部予以考虑。

(2) 适度取舍。《高等学校化学类专业指导性专业规范》强化了物质制备,在实验教学示范中心建设标准基础上增加了高分子制备和天然物提取两部分,同时弱化了原化工部分的内容。事实上,高分子和化工部分的教学在不同学校之间差异都很大,常形成学校的办学特色。考虑到本书的基础性定位,这两部分均不涉及。本次修订纳入了天然物提取,因为此类实验项目容易激发学生学习兴趣,所以安排在了《化学基础实验(I)》中,以便提升学生的专业热情。

本次修订得到合作学校领导的大力支持,组织编写队伍,提供实验项目试做的条件;郑兰荪院士给予本系列教材关注并作序,也给大家极大的鼓舞;科学出版社多次及时指导,更使修撰工作少走不少弯路;所有编写老师积极工作,其中还包括家人的支持。这些都难以用一个“谢”字表达。

限于编者水平,错误疏漏在所难免,望读者不吝赐教。

“大学化学实验教学示范中心系列教材”编写委员会

2013年6月

目 录

丛书序

序

绪论	1
0.1 合成路线的设计	1
0.2 合成技术	2
0.2.1 高温与高压技术	2
0.2.2 低温技术	3
0.2.3 电解合成	4
0.2.4 光化学合成	5
0.2.5 几种新型合成技术	5
0.3 分离、鉴定和表征	6
第1章 无机化合物的制备	8
1.1 氧化物的制备	8
1.1.1 氧化法	8
1.1.2 还原法	9
1.1.3 热分解法	9
1.2 金属卤化物的制备	11
1.2.1 直接卤化法	12
1.2.2 氧化物转化法	12
1.2.3 水合盐脱水法	12
1.2.4 置换法	13
1.2.5 氧化还原法	13
1.2.6 热分解法	14
1.3 含氧酸盐的制备	14
1.3.1 氧化法	15
1.3.2 复分解法	16
1.3.3 电解法	17
实验1 五氧化二钒的提纯	24
实验2 由钛铁矿制备二氧化钛	26
实验3 由废铁渣制备三氧化二铁	28
实验4 由废铝催化剂制备高纯超细氧化铝	30

实验 5	溶胶-凝胶法制备 SnO_2 纳米粒子	32
实验 6	无水四氯化锡的制备	33
实验 7	四碘化锡的制备	35
实验 8	六水三氯化铁的制备	37
实验 9	硝酸钾的制备	38
实验 10	从含铜溶液中回收铜粉、硫酸铜及硫酸亚铁铵	41
实验 11	碘酸钾的制备	47
实验 12	高锰酸钾的制备	48
实验 13	微波辐射合成磷酸锌	50
实验 14	微乳液法合成 CaCO_3 纳米微粒	51
实验 15	超声作用下电解法合成高铁酸钠	53
第 2 章	配合物的制备	57
2.1	直接合成法	57
2.1.1	溶液中的直接配位反应	57
2.1.2	组分化合法合成新的配合物	58
2.1.3	金属蒸气法和基底分离法	58
2.2	氧化还原法	60
2.2.1	由金属单质直接制备金属配合物	60
2.2.2	由低氧化态金属制备高氧化态金属配合物	60
2.2.3	由高氧化态金属制备低氧化态金属配合物	60
2.3	配体取代法	61
2.3.1	活性配合物的取代反应	61
2.3.2	惰性配合物的取代反应	62
2.3.3	非水介质中的取代反应	62
实验 16	杂多化合物的制备	64
实验 17	三(乙酰丙酮)合锰(Ⅲ)的合成及表征	66
实验 18	组氨酸合钴(Ⅱ)的氧合表征	67
实验 19	金属酞菁的合成	70
实验 20	二氯化一氯五氨合钴(Ⅲ)的制备	73
实验 21	三氯三(四氢呋喃)合铬(Ⅲ)的合成	75
第 3 章	无机高分子合成	79
3.1	无机高分子简介	79
3.2	无机高分子合成方法	81
3.2.1	极端条件合成	81
3.2.2	软化学合成	81
3.2.3	组合化学合成	82

3.2.4 计算机辅助合成	84
3.2.5 理想合成	85
3.3 无机高分子合成及应用	85
3.3.1 硅酸盐无机高分子	85
3.3.2 磷酸盐无机高分子	86
3.3.3 聚铁盐和聚铝盐	87
3.3.4 硅氧聚合物的有机衍生物	87
实验 22 CuO-磷酸盐无机黏结剂的制备	88
实验 23 1D 及 3D Cd/Fe 双金属配位聚合物的合成	90
实验 24 湿化学法制备 SiO ₂ 及其表征	93
第 4 章 单晶材料	95
4.1 熔体中生长单晶	95
4.1.1 提拉法	96
4.1.2 泡生法	97
4.1.3 坩埚下降法	98
4.1.4 区熔法	99
4.1.5 焰熔法	99
4.2 气相法制备单晶	99
4.2.1 升华-凝聚法	100
4.2.2 分子束外延技术	101
4.2.3 化学气相沉积	101
4.3 溶液中生长单晶	102
4.3.1 变温法	104
4.3.2 蒸发法	105
4.3.3 流动法	105
4.3.4 凝胶法	106
4.3.5 水热法	107
4.3.6 助熔剂法	108
实验 25 硫酸铝钾晶体的制备	109
实验 26 磷酸二氢钾晶体的合成和生长	111
实验 27 金属有机骨架材料 MOF-5 晶体的合成	112
实验 28 金属有机骨架材料 MIL-101 晶体的制备	114
实验 29 金属有机骨架配合物 HKUST-1 晶体的合成	115
实验 30 具有高热稳定性的金属有机骨架配合物 ZIF-8 的合成	117
第 5 章 无机精细化工产品	120
5.1 无机精细化学品简介	120

5.2 无机精细化学品的分类	121
5.2.1 橡胶填充补强剂	121
5.2.2 催化剂及其载体	124
5.2.3 无机功能材料	127
5.2.4 无机纤维材料	134
实验 31 碳还原法生产碳酸镧	136
实验 32 沸石分子筛的合成及表征	138
实验 33 卤水-氨水法制备氢氧化镁阻燃剂	143
实验 34 燃烧法合成长余辉发光材料	146
实验 35 水热法制备纳米氧化锌	149
第 6 章 综合设计性实验	151
综合 1 硫代硫酸钠的制备及纯度分析	151
综合 2 过氧化钙的制备及含量测定	153
综合 3 重铬酸钾的制备和产品含量的测定	154
综合 4 钴(Ⅲ)与乙二胺手性配合物的合成与拆分	156
综合 5 配合物的离子交换树脂分离和鉴定	161
综合 6 配合物键合异构体的制备及红外光谱的测定	165
综合 7 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的系列实验	168
综合 8 乙酰二茂铁的制备	178
综合 9 席夫碱配合物的制备及碘离子选择性电极的制备	180
设计 1 碱式碳酸铜的制备	182
设计 2 废干电池的综合利用	183
设计 3 未知配合物的合成和表征	184
第 7 章 数据与资料	186
7.1 常数与数据	186
7.1.1 相对原子质量表	186
7.1.2 几种常用酸碱的密度和浓度	187
7.1.3 化合物的相对分子质量	187
7.2 化学实验常用手册和参考书简介	190
7.3 SDT Q600 热重及差示扫描量热同步测定仪	192
主要参考文献	196

绪 论

学习指导

绪论从合成化学的重要性入手,阐述了合成化学对人类文明的贡献。讨论了合成路线的设计、合成技术的进展和化合物分离、鉴定及表征的一般方法,为本书后续内容的学习奠定了理论基础。

化学在 20 世纪取得了辉煌的成就,这些成就与化学合成技术密不可分。合成化学是以人工合成或从自然界分离出新物质供人类需要为中心任务,是化学家改造世界、创造社会未来最有力的手段。因此,化学的成就可用合成或分离出的新物质的数量来衡量。1900 年在美国《化学文摘》(CA)上登录的从天然产物中分离出来并确定其组成的及人工合成的已知物质只有 55 万种,到 1999 年 12 月 31 日已达到 2340 万种。在这 100 年中,化学合成和分离了 2285 万种新物质、新药物、新材料、新分子来满足人类生活和高新技术发展的需要。1998 年,美国著名化学家 S. J. Lippard 在探讨未来 25 年化学的发展时说:“化学最重要的是制造新物质。化学不但研究自然界的本质,而且创造出新分子,赋予人们创造的艺术;化学以新方式重排原子的能力,赋予我们从事创造性劳动的机会,而这正是其他学科所不能媲美的。”

作为合成化学中极其重要的一部分——现代无机合成(制备),其内涵并不局限于昔日传统的合成,也包括制备与组装科学。随着生命、材料、计算机等相关学科研究的迅猛发展,要求无机合成化学家能够提出更多新的行之有效的合成反应、合成技术,制订节能、洁净、经济的合成路线,以及开发具有新型结构和新功能的化合物或材料。因此,发展现代无机合成与制备化学,不断推出新的合成反应和路线,或改进和绿化现有的陈旧合成方法,不断地创造与开发新的物质,将为研究材料结构、性能(或功能)与反应间的关系、揭示新规律与原理提供基础,成为推动化学学科与相邻学科发展的主要动力。

0.1 合成路线的设计

合成路线设计主要是指从理论上讨论分析如何设计合成路线及合成的策略技巧。合成路线是合成工作者为待合成的目标化合物所拟订的合成方案。

合成路线设计涉及化合物的结构、性能、反应等方面的内容。要做好合成路线的设计,基本方法是以化学反应为基础,熟练掌握大量的单元合成反应,将具体的

反应按一定的逻辑组合起来。

对于合成路线设计来说,可能会有多条路线可以合成出所要的化合物,究竟采用哪条路线,评价的基本标准是:

(1) 合成的反应机理。从单元反应来分析应该是可以的,其组合能够达到合成所需化合物的目的。

(2) 合成效率高。力求减少副反应,以提高产品的产率。

(3) 合成路线简捷。反应步骤的长短关系到合成路线的经济性。一个每步产率为 90% 的十步合成,其总产率仅为 35%;若为五步合成,则总产率为 59%;若合成步骤仅三步,其总产率可提高到 73%。因而应尽可能采用短的合成路线。

(4) 原料、试剂等来源丰富,毒性小,能耗低。

(5) 温和的反应条件,操作简便、安全。

(6) 尽可能符合绿色合成的原则。

0.2 合成技术

0.2.1 高温与高压技术

1. 高温高压合成方法

1) 高温合成方法

从动力学角度来看,人们总是借助于高温来实现较高速率地合成物质的目的。因此,高温是物质合成的一个重要手段。高温合成反应的类型很多,主要有:高温固相反应、高温固-气反应、高温熔炼和合金制备、高温熔盐电解、高温下的化学转移反应、高温化学气相沉积、等离子体高温合成、高温下的区域熔融提纯等。

2) 高压高温合成方法

高压高温合成根据高压高温产生方式和使用的设备的不同而划分为静高压高温合成法和动态高压高温合成法。静高压高温合成法是利用具有较大尺寸的高压腔体、试样的两面顶和六面顶高压设备来进行的。动态高压高温合成法是利用爆炸等方法产生冲击波,在物质中引起瞬间的高压高温来合成新材料,也称为冲击波合成法或爆炸合成法。

2. 高温还原反应

高温还原反应是用还原剂把高价化合物还原成低价化合物或单质的有效方法之一。常采用的原料为氧化物、卤化物或硫化物;常采用的还原剂有氢气、一氧化碳、碳、活泼金属等。选择还原剂时应遵循以下原则:

(1) 还原能力强,热效应大,以保证反应完全进行。

(2) 过量的还原剂和被还原的产物及被氧化的产物容易分离提纯,还原剂在

被还原产物中的溶解度小。

(3) 还原剂廉价易得,易于回收。

3. 高温固相反应

大批具有特种性能的无机功能材料和化合物,如大多数复合氧化物、含氧酸盐类、二元或多元金属陶瓷化合物(碳、硼、硅、磷、硫族等化合物)都是通过高温(一般为 1000~1500 °C)下反应物固相间的直接合成而得到的。

4. 化学气相沉积

化学气相沉积法是近几十年发展起来的一种用于制备高纯物质,研制新晶体,沉积各种单晶、多晶或玻璃态无机薄膜材料的方法。化学气相沉积法是利用气态物质在一固体表面上进行化学反应生成固态沉积物的过程。常见的类型有:

1) 热分解法

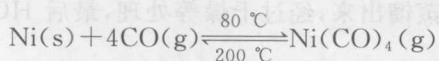
最简单的化学气相沉积反应是化合物的热分解。此反应一般在简单的单温区炉内进行,于真空或惰性气氛下加热基材至所需温度后,导入反应气体,使之发生热分解反应,最后在基材上沉积出固体材料层。

2) 化学合成法

绝大多数沉积过程都涉及两种或多种气体反应物在同一热基材上相互作用,这类反应为化学合成反应。最普遍的是用氢气还原卤化物来沉积各种金属和半导体。化学合成法还可以制备各种晶态和玻璃态沉积层。

3) 化学转移反应

化学转移反应是指一种固体或液体物质 A,在一定温度下与一种气体物质 B 反应,生成气相产物 C,而 C 扩散到体系的不同温度区发生逆反应,重新析出 A。例如



这个过程好像是一个升华或蒸馏过程,但在 80 °C 温度下,物质 A 并没有经过一个它应该有的蒸气相,所以称为化学转移。用于化学转移反应的装置样式很多,可根据具体反应条件设计。

0.2.2 低温技术

随着新技术的开发,世界将进入“临界技术”或“极端技术”的发展时期,低温或超低温合成将是未来研究的重要领域。低温技术的发展为某些挥发性化合物的合成及新型无机功能材料的合成开辟了新途径。

许多物质的分离和制备都必须在低温下进行。氮气、氧气、稀有气体的工业制

备过程是首先压缩净化过的空气,再使之绝热膨胀,温度降低,从而使空气液化,随后对液体空气进行分级蒸馏,便可把氮气和稀有气体分离。混合气体也常用低温分馏或低温下选择性吸附的方法进行分离。近年来,低温下的物质合成,特别是超导材料的合成发展十分迅速。

1. 非水溶剂中的低温合成

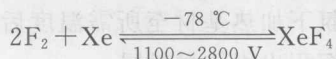
多数在非水溶剂中进行的反应必须在低温下进行,因为它们只有在低温下才呈液体状态,如 NH_3 、 SO_2 、 HF 等,其中液氨是人们研究得最多的非水溶剂。

2. 低温下稀有气体化合物的合成

稀有气体混合物本身是在低温下进行分离和提纯的,所以它们的一些化合物也是在低温下进行合成的。

1) 低温下的放电合成

1963 年 Kirschenbaum 等首次用放电法成功地制备了 XeF_4 。

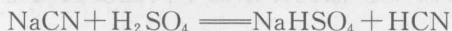


2) 低温光化学合成

光化学反应是由可见光和紫外光所引起的化学反应。这些反应一般是在分子的激发态直接参与下进行的。一个分子只有在吸收一定的光照射之后,才能发生化学反应。利用光化学反应可以在低温下合成 XeF_2 、 KrF_2 等稀有气体化合物。

3) 低温下挥发性化合物的合成

合成或纯化挥发性化合物时需要在低温下进行。例如,无色剧毒气体氢氰酸的熔点为 -13.24°C ,沸点为 25.70°C ,制备氢氰酸可由下列反应得到



首先将 HCN 完全蒸馏出来,经过干燥等处理,最后 HCN 冷凝在用冰盐剂冷却的磨口瓶中。

4) 冷冻干燥法合成氧化物和复合氧化物粉末

近年来化学工作者开发了冷冻干燥法、醇盐水解法、喷雾干燥法、喷雾分解法、蒸发法等新方法。冷冻干燥法除了可以合成 Mg-Al 系列尖晶石和各种铁氧体外,还可以合成透明的氧化铝板、氧化镍粉末及氯化银等。

0.2.3 电解合成

电解法对材料纯度要求很高的原子能、宇航技术、半导体等科学技术具有独特的作用。电解合成法一般分为水溶液电解和非水溶液电解,非水溶液电解又分为熔盐电解和非熔盐电解。电解合成反应具有以下特点:

(1) 利用在电解中能提供高电子转移的功能达到一般化学试剂所不具有的氧化还原能力。

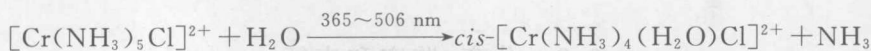
(2) 产品纯度高。

(3) 通过控制电极电势和电极材质,可选择性地进行氧化或还原,从而制备出特定价态的化合物。

(4) 可以制备出其他方法不能制备的许多物质和聚集态。

0.2.4 光化学合成

光化学研究按照化合物的种类分为无机分子光化学和有机分子光化学;按照分子的大小分为小分子光化学、较大分子光化学以及聚合物光化学;按激发分子寿命可划分为秒、毫秒、微秒和纳秒时间内的光化学;按发光类型或跃迁机制又有荧光、磷光以及化学发光之分。光化学合成是把光化学研究中得到的知识、成果加以利用,把光化学反应作为合成化合物的手段。光化学合成的独到之处在于此方法可以得到其他方法难以得到的具有新颖结构的化合物。例如 $cis-[Cr(NH_3)_4(H_2O)Cl]^{2+}$ 的制备。



0.2.5 几种新型合成技术

1. 微波辐射技术

微波通常是指波长为 1 mm ~ 1 m 的电磁波,其相应的频率范围是 300 MHz ~ 300 GHz。为了不干扰雷达、无线电通信等,国际无线电通信协会规定:家用微波炉使用的频率是 2450 MHz,而 915 MHz 的频率主要用于工业加热。利用微波辐射法进行固相反应是一种新颖、快速、独特的合成方法。例如,沸石分子筛的微波合成具有条件温和、能耗低、反应速率快、粒度均一且尺寸小的特点。

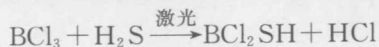
2. 等离子体技术

等离子体合成也称放电合成,它是利用等离子体的特殊性质进行化学合成的一种新技术。获得等离子体的方法很多,比较适用的方法是放电,如电弧放电、辉光放电、高频电感耦合放电、高频电容耦合放电、微波诱导放电等。等离子体一般分为两类,一类是高温等离子体(也称热等离子体),另一类是低温等离子体(也称冷等离子体)。等离子体技术应用在冶金处理、半导体材料、合成化学、材料表面酸性和超微粒子的制备等方面已卓有成效。这种方法具有能耗低、效率高、能级选择灵活、制得产品纯度高、产率高等特点。

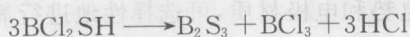
3. 激光技术

激光是一种新型光源,根据激光的方向性,可实现微区域的高温化学反应。有

些化学反应在常温下不能发生,但在激光的作用下就能在常温常压下发生。例如



BCl_2SH 进一步分解



4. 水热与溶剂热合成法

水热与溶剂热合成法是指在一定温度(100~1000 °C)和压力(1~100 MPa)条件下,利用溶液中物质的化学反应所进行的合成。现在已在多数无机功能材料、特种组成与结构的无机化合物及特种凝聚态材料的合成中得以应用。水热与溶剂热合成法具有如下特点:

- (1) 有可能代替固相反应以及难以进行的合成反应。
- (2) 能生成一系列特种凝聚态的物质。
- (3) 有利于低价态、中间价态与特殊价态化合物的生成,并能均匀地进行掺杂。

0.3 分离、鉴定和表征

合成和分离是两个紧密相连的问题。在制备新的化合物时,实际的制备反应往往是合成和鉴定化合物的整个过程中最容易的方面,而更多的时间是花费在化合物的提纯和鉴定上,解决不好分离问题,就无法获得满意的合成结果。总的来说,在任何合成问题中均包含各种各样的分离问题。无机材料对组成和结构有特定的要求,因而使用的分离方法更多、更复杂一些。为此,在无机物制备中,一方面要特别注重反应的定向性与反应原子的经济性,尽量减少副产物与废料,使反应产物的组成、结构符合合成的要求;另一方面要充分重视分离方法和技术的改进和建立。提纯技术除包括常规分离方法,如重结晶、分级结晶、分级沉淀、升华、蒸馏、萃取、色层分离法(包括薄层层析法、柱层析法、离子交换层析法等)和色谱分离等外,还需采用一系列特种的分离方法,如低温分馏、低温分级蒸发冷凝等。

由于无机材料和化合物的合成对组成和结构有严格的要求,因而结构的鉴定和表征在无机合成中是具有指导作用的。它既包括对合成产物的结构确证,又包括对特殊材料结构中非主要组分的结构状态和物化性能的测定。为了进一步指导合成反应的定向性和选择性,还需要对合成反应过程中间产物的结构进行检测。由于无机反应的特殊性,这类问题的解决往往很困难。除去常规的组成分析、离子电导、熔点、磁化率、X射线衍射、质谱、各类光谱(如可见、紫外、红外、拉曼、顺磁、核磁旋光色散和圆二色散)等,以及针对不同材料的要求检测其相应的性能指标外,通常还需要一些特种的检测方法,如俄歇电子能谱、低能电子衍射、高分辨电子