



工业和信息化部“十二五”规划教材

含氮化合物制备 与表征实验

Handanhuaahewu Zhibei Yu Biao Zheng Shiyan

主 编 李丽洁
副主编 金韶华 陈树森



北京航空航天大学出版社
BEIHANG UNIVERSITY PRESS



工业和信息化部“十二五”规划教材

含氮化合物制备与表征实验

主 编 李丽洁
副主编 金韶华 陈树森



北京航空航天大学出版社

内 容 简 介

本书取材于科研成果,与当今科研发展前沿紧密相关。内容包括奥克托今(HMX)、六硝基六氮杂异伍兹烷(HNIW)、1,1-二氨基-2,2-二硝基乙烯(FOX-7)、2,6-二氨基-3,5-二硝基吡嗪-1-氧化物(LLM-105)等先进含能材料的合成与制备;高效液相色谱、红外光谱、近红外光谱等表征方法;粒度分析、应力分析、差热-热重联用(DTG-60)分析、比表面积测试、撞击感度测试、微热量热(C80)测试、绝热反应量热(ARC)测试等含能材料测试技术;在线红外光谱分析等机理研究手段;体系组分定量分析方法;合成反应安全性评价方法等。

本书适合高等院校特种能源工程与烟火技术、材料化学、高分子材料与工程、化学工程与工艺、应用化学、化学、物理化学、制药工程、生物工程、弹药工程与爆炸技术等化学相关专业三、四年级学生使用,是本科生继有机化学实验、分析化学实验等基础实验课程之后继续深化学习的实验课程教材,是基础实验课程与本科毕业论文设计之间的桥梁,也可为后续化学相关专业本科生继续深造奠定基础。

图书在版编目(CIP)数据

含氮化合物制备与表征实验 / 李丽洁主编 -- 北京:
北京航空航天大学出版社,2015.7
ISBN 978-7-5124-1846-2

I. ①含… II. ①李… III. ①氮化合物—制备—实验
IV. ①TQ126.2-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 161410 号

版权所有,侵权必究。

含氮化合物制备与表征实验

主 编 李丽洁

副主编 金韶华 陈树森

责任编辑 杨 昕

*

北京航空航天大学出版社出版发行

北京市海淀区学院路 37 号(邮编 100191) <http://www.buaapress.com.cn>

发行部电话:(010)82317024 传真:(010)82328026

读者信箱:goodtextbook@126.com 邮购电话:(010)82316936

北京兴华昌盛印刷有限公司 印装 各地书店经销

*

开本:787×1092 1/16 印张:14.5 字数:317千字

2015年8月第1版 2015年8月第1次印刷 印数:1000册

ISBN 978-7-5124-1846-2 定价:35.00元

前 言

北京理工大学于2002年成立材料学院,该学院的组成源于原化工与材料学院精细化工(含能材料方向)61专业和高分子材料62专业以及原机械工程与自动化学院71专业。61、62专业组成现在的高分子材料系。新学院成立后,本科生专业课程设置中就不再包括含能材料的专业课程(包括实验),使得含能材料方向的研究生学习没有延续性。为此,2003年高能量密度化合物合成与应用课题组开设了“含氮化合物制备与表征实验”课程,旨在使学生在本科阶段能够接触到与含能材料相关的知识,并能够在有机化学实验的基础上,进行含能材料相关物质的制备实验,掌握含能材料的表征方法,了解先进的分析测试技术在含能材料领域的应用,了解科研发展的前沿和动态。通过本课程的学习,培养学生运用化学知识的能力和实践能力;使学生通过实验获得感性知识,巩固和加深对化学基本理论、基本知识的理解,并适当扩大知识面;培养学生的实验技能,学会使用常规的和先进的仪器设备;培养学生独立思考、独立工作、独立设计的能力;培养学生的创新能力和团队协作精神;培养学生严谨的科学态度和良好的工作作风。

《含氮化合物制备与表征实验》是实验教材,其内容取自科研成果,与当今科研发展前沿紧密相关,该实验的结果反馈给科研任务,从而使教学与科研相辅相成。

《含氮化合物制备与表征实验》内容包括:(1)奥克托今(HMX)、六硝基六氮杂异伍兹烷(HNIW)、1,1-二氨基-2,2-二硝基乙烯(FOX-7)、2,6-二氨基-3,5-二硝基吡嗪-1-氧化物(LLM-105)等含能材料相关物质的制备;(2)高效液相色谱、傅里叶红外光谱、近红外光谱等表征方法;(3)粒度分析、应力分析、差热-热重联用(DTG-60)分析、比表面积测试、撞击感度测试、微热量热(C80)测试、绝热反应量热(ARC)测试等含能材料测试技术;(4)在线红外光谱分析等机理研究手段;(5)体系组分定量分析方法;(6)合成反应安全性评价方法;(7)分子模拟实验等38个实验。本实验教材还包括了基本的有机实验操作内容、含氮化合物制备技术、先进的分析测试技术和18种先进仪器设备的操作规程。其内容新颖,体现了含能材料领域的最新成就,适应本科生后续培养环节和继续深造发展的需求,可吸引更多优秀的学生进入国防领域。通过系列含氮化合物的制备,学生能够深入理解有机合成反应,熟悉有机合成反应的设计思想;通过对合成条件的探索,学生能够熟悉工艺条件优化的过程和思想;通过对制备的含氮化合物的表征,学生能够熟悉红外光谱、差热-热重分析、微热量热、绝热反应量热、高效液相色谱、熔点、粒度、比表面积、真密度等分析测试的基本原理,并能在仪器上独立操作。



本教材适合高等院校特种能源工程与烟火技术、材料化学、高分子材料与工程、化学工程与工艺、应用化学、化学、物理化学、制药工程、生物工程、弹药工程与爆炸技术等化学相关专业三、四年级学生使用,是本科生继有机化学实验、分析化学实验等基础实验课程之后继续深化学习的实验课程教材,是基础实验课程与本科毕业论文设计之间的桥梁,也可为后续化学相关专业本科生继续深造奠定基础。

课程设计还不是很全面,在教学的实践与科研的发展中还需要进一步完善,也希望各位读者不吝赐教。

目 录

第 1 章 实验基础知识	1
1.1 实验须知	1
1.1.1 实验目的	1
1.1.2 实验程序与要求	1
1.1.3 实验室规则	2
1.1.4 实验室安全知识	2
1.1.5 实验数据处理基础知识	3
1.2 玻璃器具的使用	8
1.2.1 实验室常用玻璃器具	8
1.2.2 普通玻璃器具的洗涤与干燥	13
1.2.3 玻璃量具的洗涤	16
1.3 常见实验基本技术	18
1.3.1 加热方法及装置	18
1.3.2 冷却方法及装置	21
1.3.3 化学试剂的取用	22
1.3.4 化学试剂的干燥	23
1.3.5 分离与提纯技术	26
1.3.6 气体的发生、净化和收集	33
1.3.7 微型实验仪器及使用	36
1.3.8 薄层色谱技术	37
1.3.9 柱层析技术	40
第 2 章 含氮化合物制备技术	45
2.1 高能量密度化合物的主要特点	46
2.2 高能量密度化合物的发展	46
2.3 高能量密度化合物的分类	47
2.4 高能量密度化合物的合成	48
2.4.1 TNT 的合成与发展	48
2.4.2 RDX 的合成与发展	48
2.4.3 HMX 的合成与发展	50
2.4.4 HNIW 的合成与发展	58
2.5 有应用价值的 insensitive 高能量密度化合物	68
2.5.1 1,3,3-三硝基氮杂环丁烷	68



2.5.2	3-硝基-1,2,4-三唑-5-酮	69
2.5.3	1,1-二氨基-2,2-二硝基乙烯	70
2.5.4	2,6-二氨基-3,5-二硝基吡嗪-1-氧化物	71
2.5.5	1,3,5-三氨基-2,4,6-三硝基苯	72
2.5.6	1,1'-二羟基-5,5'-联四唑二羟胺盐	73
2.6	其他新型高能量密度化合物	74
2.7	计算化学在高能量密度化合物设计中的应用	77
第3章 含氮化合物制备与表征系列实验		78
3.1	实验1 3,7-二硝基-1,3,5,7-四氮杂双环[3.3.1]壬烷的合成	79
3.1.1	实验目的	79
3.1.2	实验原理	79
3.1.3	实验药品与仪器	80
3.1.4	实验步骤	81
3.1.5	思考题	82
3.2	实验2 1,5-二乙酰基-3,7-桥亚甲基-1,3,5,7-四氮杂环辛烷的合成	82
3.2.1	实验目的	82
3.2.2	实验原理	82
3.2.3	实验药品与仪器	83
3.2.4	实验步骤	83
3.2.5	思考题	84
3.3	实验3 1,3,5,7-四乙酰基-1,3,5,7-四氮杂环辛烷的合成	84
3.3.1	实验目的	84
3.3.2	实验原理	84
3.3.3	实验药品和仪器	85
3.3.4	实验步骤	85
3.3.5	思考题	85
3.4	实验4 1,5-二乙酰基-3,7-二硝基-1,3,5,7-四氮杂环辛烷的合成	86
3.4.1	实验目的	86
3.4.2	实验原理	86
3.4.3	实验药品和仪器	86
3.4.4	实验步骤	87
3.4.5	思考题	87
3.5	实验5 2-氯-6-甲氧基吡嗪的合成	87
3.5.1	实验目的	87
3.5.2	实验原理	88
3.5.3	实验药品与仪器	88
3.5.4	实验步骤	88
3.5.5	思考题	88



3.6 实验6 3,5-二硝基-2-氯-6-甲氧基吡嗪的合成	89
3.6.1 实验目的	89
3.6.2 实验原理	89
3.6.3 实验药品和仪器	89
3.6.4 实验步骤	89
3.6.5 思考题	89
3.7 实验7 2-甲基-2-甲氧基-4,5-咪唑啉二酮的合成	89
3.7.1 实验目的	89
3.7.2 实验原理	90
3.7.3 实验药品和仪器	90
3.7.4 实验步骤	91
3.7.5 思考题	91
3.8 实验8 2-(二硝基亚甲基)-4,5-二氧咪唑烷二酮的合成	91
3.8.1 实验目的	91
3.8.2 实验原理	91
3.8.3 实验药品和仪器	92
3.8.4 实验步骤	92
3.8.5 思考题	93
3.9 实验9 六苄基六氮杂异伍兹烷的合成	93
3.9.1 实验目的	93
3.9.2 实验原理	93
3.9.3 实验药品与仪器	96
3.9.4 实验步骤	96
3.9.5 思考题	96
3.10 实验10 四乙酰基二苄基六氮杂异伍兹烷的合成	97
3.10.1 实验目的	97
3.10.2 实验原理	97
3.10.3 实验药品与仪器	98
3.10.4 实验步骤	99
3.10.5 思考题	100
3.11 实验11 四乙酰基二甲酰基六氮杂异伍兹烷的合成	100
3.11.1 实验目的	100
3.11.2 实验原理	100
3.11.3 实验药品与仪器	100
3.11.4 实验步骤	101
3.11.5 思考题	101
3.12 实验12 四乙酰基六氮杂异伍兹烷的合成	101
3.12.1 实验目的	101
3.12.2 实验原理	101



3.12.3	实验药品与仪器	102
3.12.4	实验步骤	102
3.12.5	思考题	102
3.13	实验 13 三乙酰基三苄基六氮杂异伍兹烷的合成	102
3.13.1	实验目的	102
3.13.2	实验原理	102
3.13.3	实验药品与仪器	103
3.13.4	实验步骤	103
3.13.5	思考题	103
3.14	实验 14 三乙酰基三甲酰基六氮杂异伍兹烷的合成	103
3.14.1	实验目的	103
3.14.2	实验原理	103
3.14.3	实验药品与仪器	104
3.14.4	实验步骤	104
3.14.5	思考题	104
3.15	实验 15 六乙酰基六氮杂异伍兹烷的合成	104
3.15.1	实验目的	104
3.15.2	实验原理	104
3.15.3	实验药品与仪器	105
3.15.4	实验步骤	105
3.15.5	思考题	105
3.16	实验 16 六烯丙基六氮杂异伍兹烷的合成	105
3.16.1	实验目的	105
3.16.2	实验原理	105
3.16.3	实验药品与仪器	106
3.16.4	实验步骤	106
3.16.5	思考题	106
3.17	实验 17 由四乙酰基二甲酰基六氮杂异伍兹烷合成六硝基六氮杂异伍兹烷	107
3.17.1	实验目的	107
3.17.2	实验原理	107
3.17.3	实验药品与仪器	108
3.17.4	实验步骤	108
3.17.5	思考题	109
3.18	实验 18 由四乙酰基六氮杂异伍兹烷合成六硝基六氮杂异伍兹烷	109
3.18.1	实验目的	109
3.18.2	实验原理	109
3.18.3	实验药品与仪器	109
3.18.4	实验步骤	109
3.18.5	思考题	110



3.19	实验 19 由四乙酰基二苄基六氮杂异伍兹烷合成六硝基六氮杂异伍兹烷	110
3.19.1	实验目的	110
3.19.2	实验原理	110
3.19.3	实验药品与仪器	111
3.19.4	实验步骤	111
3.19.5	思考题	111
3.20	实验 20 乙二肼的合成	111
3.20.1	实验目的	111
3.20.2	实验原理	112
3.20.3	实验药品与仪器	112
3.20.4	实验步骤	112
3.20.5	思考题	112
3.21	实验 21 二氯乙二肼的合成	112
3.21.1	实验目的	112
3.21.2	实验原理	112
3.21.3	实验药品与仪器	113
3.21.4	实验步骤	113
3.21.5	思考题	113
3.22	实验 22 制备具有不同结晶特性的 RDX 产品	113
3.22.1	实验目的	113
3.22.2	实验原理	113
3.22.3	实验药品和仪器	115
3.22.4	实验步骤	115
3.22.5	思考题	115
3.23	实验 23 高效液相色谱分析	115
3.23.1	实验目的	115
3.23.2	实验原理	116
3.23.3	实验药品与仪器	117
3.23.4	实验步骤	117
3.23.5	思考题	118
3.24	实验 24 熔点测试	118
3.24.1	实验目的	118
3.24.2	实验原理	118
3.24.3	实验步骤	119
3.24.4	思考题	120
3.25	实验 25 红外光谱测试	120
3.25.1	实验目的	120
3.25.2	实验原理	120
3.25.3	实验药品与仪器	122



3.25.4	实验步骤	122
3.25.5	思考题	122
3.26	实验 26 撞击感度测试	123
3.26.1	实验目的	123
3.26.2	实验原理	123
3.26.3	实验药品与仪器	124
3.26.4	实验步骤	125
3.26.5	思考题	125
3.27	实验 27 动态应力测试	125
3.27.1	实验目的	125
3.27.2	实验原理	125
3.27.3	实验药品与仪器	126
3.27.4	实验步骤	126
3.27.5	思考题	126
3.28	实验 28 粒径分布测试	127
3.28.1	实验目的	127
3.28.2	实验原理	127
3.28.3	实验药品与仪器	128
3.28.4	实验步骤	128
3.28.5	思考题	128
3.29	实验 29 比表面积测试	128
3.29.1	实验目的	128
3.29.2	实验原理	129
3.29.3	实验药品与仪器	131
3.29.4	实验步骤	131
3.29.5	思考题	132
3.30	实验 30 晶体表观密度测试	133
3.30.1	实验目的	133
3.30.2	实验原理	133
3.30.3	实验药品与仪器	133
3.30.4	实验步骤	134
3.30.5	思考题	134
3.31	实验 31 绝热量热测试	134
3.31.1	实验目的	134
3.31.2	实验原理	134
3.31.3	实验药品与仪器	136
3.31.4	实验步骤	136
3.31.5	思考题	137
3.32	实验 32 差热分析	137



3.32.1	实验目的	137
3.32.2	实验原理	137
3.32.3	实验药品与仪器	139
3.32.4	实验步骤	139
3.32.5	思考题	139
3.33	实验 33 微热量热技术分析二元混合炸药组分相容性	140
3.33.1	实验目的	140
3.33.2	实验原理	140
3.33.3	实验药品与仪器	141
3.33.4	实验步骤	141
3.33.5	思考题	141
3.34	实验 34 在线红外光谱技术研究醋酐水解反应机理	141
3.34.1	实验目的	141
3.34.2	实验原理	141
3.34.3	实验药品与仪器	142
3.34.4	实验步骤	142
3.34.5	思考题	143
3.35	实验 35 近红外光谱技术建立硝酸-水二元体系组分定量分析方法	143
3.35.1	实验目的	143
3.35.2	实验原理	143
3.35.3	实验药品与仪器	144
3.35.4	实验步骤	144
3.35.5	思考题	145
3.36	实验 36 采用反应量热技术评价醋酐水解放热反应工艺安全性	145
3.36.1	实验目的	145
3.36.2	实验原理	145
3.36.3	实验药品与仪器	147
3.36.4	实验步骤	147
3.36.5	思考题	148
3.37	实验 37 采用微热量热法测试醋酐水解反应的放热量	150
3.37.1	实验目的	150
3.37.2	实验原理	150
3.37.3	实验药品与仪器	150
3.37.4	实验步骤	151
3.37.5	思考题	151
3.38	实验 38 采用分子动力学方法研究 HNIW 热分解	151
3.38.1	实验目的	151
3.38.2	实验原理	151
3.38.3	实验软件	151



3.38.4	实验内容	152
3.38.5	思考题	152
第4章 仪器设备简介和操作规程		153
4.1	实验室大型仪器设备使用管理条例	153
4.2	ULTRAPYCNOMETER 1000 型全自动真密度仪	153
4.2.1	仪器简介	153
4.2.2	操作规程	155
4.3	NOVA 1000e 快速全自动比表面和孔隙度分析仪	155
4.3.1	仪器简介	155
4.3.2	操作规程	156
4.4	动态应力测试仪	157
4.4.1	仪器简介	157
4.4.2	操作规程	158
4.5	氢气瓶	158
4.5.1	仪器简介	158
4.5.2	操作规程	158
4.6	CILAS 1064 型高精度粒度分析仪	159
4.6.1	仪器简介	159
4.6.2	操作规程	160
4.7	C80 微热量热仪	160
4.7.1	仪器简介	160
4.7.2	操作规程	161
4.8	聚焦光束反射测量仪-颗粒录影显微镜联用	162
4.8.1	仪器简介	162
4.8.2	操作规程	164
4.9	快速筛选仪	164
4.9.1	仪器简介	164
4.9.2	操作规程	165
4.10	绝热加速量热仪	166
4.10.1	仪器简介	166
4.10.2	操作规程	168
4.11	氢解压力釜	168
4.11.1	仪器简介	168
4.11.2	操作规程	169
4.12	全自动反应量热仪	170
4.12.1	仪器简介	170
4.12.2	操作规程	170
4.13	百克量单元试验装置	174



4.13.1 仪器简介	174
4.13.2 操作规程	175
4.14 POPE 两英寸刮膜式多组分物质分离设备	176
4.14.1 设备简介	176
4.14.2 操作规程	177
4.15 ReactIR IC10 型在线反应红外分析仪	178
4.15.1 仪器简介	178
4.15.2 操作规程	179
4.16 超临界流体色谱仪	180
4.16.1 仪器简介	180
4.16.2 操作规程	181
4.17 计算机集群	181
4.17.1 设备简介	181
4.17.2 操作规程	182
4.18 Material Studio 材料模拟软件	183
4.18.1 软件简介	183
4.18.2 操作规程	184
4.19 近红外光谱定量分析模型的建立	185
4.19.1 近红外光谱仪器介绍	185
4.19.2 定量分析模型建立流程	185
附 录	195
附录 A 常用酸碱的浓度	195
附录 B 常用缓冲溶液	195
附录 C HPLC 固定相及其应用范围	196
附录 D 高效液相色谱故障及排除方法	197
附录 E 高效液相色谱柱的清洗和再生方法	198
附录 F 色谱谱柱再生案例	200
附录 G 部分高能量密度化合物相关中间体和产物的红外波谱图	203
参考文献	214

第1章 实验基础知识

含氮化合物制备与表征实验是以化学实验的方法与手段为基础的实验课程,因此实验原理、实验方法、实验程序、实验操作、实验安全与实验数据处理等都与化学实验相关。

含氮化合物制备与表征实验是含能材料相关专业学生选修的一门实验课。通过实验课程的学习,学生掌握含能材料相关实验的基本操作和实验技能,巩固化学的基本理论,培养学生运用化学知识的能力和实践能力。

1.1 实验须知

1.1.1 实验目的

- ① 学生通过实验获得感性知识,巩固和加深对化学基本理论、基本知识的理解,并适当扩大知识面。
- ② 培养学生实验的基本操作技能,掌握应用于含能材料领域的先进分析测试技术,学会使用先进的仪器设备。
- ③ 培养学生创新能力和合作精神。
- ④ 培养学生独立思考、独立工作、独立设计的能力。
- ⑤ 培养学生严谨的科学态度和良好的工作作风。

1.1.2 实验程序与要求

(1) 预习

充分预习是做好实验的重要环节。含氮化合物制备与表征实验是在教师指导下,由学生独立完成的。只有充分理解实验原理、操作步骤,明确应在实验中解决哪些具体问题,才能有条不紊地进行实验,因此,应做到以下几点:

- ① 阅读实验教材,明确本次实验的目的及实验内容。
- ② 合理安排实验时间。掌握本次实验的主要内容,了解实验中所涉及的有关操作技术及注意事项。
- ③ 写出预习报告。其内容包括:实验名称、实验目的、实验原理、操作步骤(可用反应式、流程图表示)、注意事项,留出合适位置记录实验现象或设计记录实验数据和实验现象的表格。切忌照抄实验教材。实验时教师将检查预习情况。

(2) 观看教学录像片

教学录像片是一部声形并茂的教材,在教学中有独特的作用。实验前,将安排放映教学录像片,这将很好地帮助学生预习实验,掌握正确的操作技能,因此要求学生按时认真收看,并做好记录。

(3) 实验

实验是培养独立工作和思维能力的重要环节,应独立、认真地完成。



① 对于基础实验,需要在教师指导下,按实验教材上规定的方法、步骤及药品用量进行实验。细心观察,如将实验现象及数据记录在预习报告中,养成严谨的学风。

② 对于综合设计实验,需要在调研文献资料的基础上撰写实验方案。方案要合理,思路要清晰。若发现问题,应及时查明原因,修改方案。

③ 在实验中遇到疑难问题或反常现象,应认真分析操作步骤,思考其原因,自觉养成思索钻研的习惯。

④ 遵守实验室规则和安全守则,实验中始终保持桌面布局合理、环境整齐清洁。

(4) 实验报告

实验报告是对每次实验的全面总结,它体现出学生的实验水平及分析问题的能力,应严肃认真地书写。实验报告包括五项内容:

① 实验目的 简述实验目的。

② 实验原理 简述有关基本原理和主要反应方程式。

③ 实验内容 尽量采用表格、框图、符号等形式,清晰反映实验内容,避免照抄教材。正确表达、记录实验现象和实验数据,不允许主观臆造。

④ 解释、结论及数据处理 对现象加以简单的解释,写出主要反应方程式,得出结论。数据计算要表达清晰。

⑤ 问题讨论 针对实验中遇到的问题提出自己的见解,定量实验应分析误差原因,对实验内容提出改进意见,按要求完成课后思考题。

1.1.3 实验室规则

① 实验前充分预习,写好预习报告,按时进入实验室。未预习者不能进行实验。

② 实验前要清点仪器,如果发现有破损或缺少,应立即报告老师,按规定手续补领。实验时仪器若有破损,亦应立即报告老师,按规定手续补领。

③ 实验时应保持安静,按正确操作方法进行实验,仔细观察现象,如实记录结果。

④ 实验时应保持实验室和桌面清洁整齐。药品仪器应整齐地摆放在一定位置,用后立即放还原位。药品应按用量取用,自药品瓶中取出的药品,不能倒回原瓶中,以免带入杂质;取用药品后,应立即盖上瓶塞,以免弄错瓶塞,沾污药品。有腐蚀性或污染性的废物应倒入废液桶或指定容器内。火柴梗、废纸屑、碎玻璃等倒入垃圾箱内,不得随意乱丢。

⑤ 注意安全操作,遵守安全守则。

⑥ 实验结束后,实验记录交教师检查签字后,方能离开实验室。实验室的一切物品不得带离实验室。

⑦ 各实验台轮流值日,打扫实验室,保持实验室清洁卫生。离开实验室前,必须检查电插头或闸刀是否拉开,水龙头是否关闭等。

1.1.4 实验室安全知识

含氮化合物制备与表征实验需要高度重视安全问题,严格遵守操作规程及安全守则,以免事故的发生。

(1) 实验室安全守则

① 实验室内应严禁饮食、吸烟、大声喧哗。



- ② 切勿品尝实验用化学药品,对性质不明的药品不允许任意混合。
- ③ 一切有毒、有刺激性气体物质的实验,都要在通风橱中进行;一切易燃、易爆物质的实验,应在远离火种、电源的地方进行。
- ④ 在试管中加热液体时,不要将试管指向自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出伤人。
- ⑤ 稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地注入水中,并不断搅拌,以免迸溅致伤。
- ⑥ 嗅闻气体时,应用手轻拂,将少量气体煽向自己再嗅。
- ⑦ 有毒、有腐蚀性废液不得倒入下水道,应回收后集中处理。
- ⑧ 实验完毕,应将实验台面整理干净,关闭水、电、煤气后再离开实验室。

(2) 实验室意外事故的处理

- ① 如遇起火,应首先移走易燃药品,切断电源,根据着火情况选择适当的灭火方法。一般小火可用湿布或砂土等扑灭,火势稍大时可使用灭火器,但不可用水扑救。
- ② 如遇触电事故,应首先切断电源,必要时进行人工呼吸或送往医院。
- ③ 若受强酸或浓碱腐蚀,应立即用大量清水冲洗,然后相应地用饱和碳酸氢钠或3%硼酸溶液冲洗,再用水冲洗后,外敷ZnO(或硼酸)软膏。
- ④ 若吸入少量刺激性气体或有毒气体而感到不适,应立即到室外呼吸新鲜空气。
- ⑤ 若烫伤,切勿用水冲洗,可用高锰酸钾或苦味酸液擦洗后,再搽上凡士林或烫伤药膏。
- ⑥ 若割伤,伤口内有玻璃碎片或其他异物,需先清出,然后再在伤口处敷上云南白药或创可贴。
- ⑦ 一旦毒物进入口内,可将5~10 mL稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,口服后,将手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院。
- ⑧ 金属汞易挥发,它通过呼吸道进入体内,逐渐积累会引起慢性中毒。所以,一旦汞洒落在桌上或地上,必须尽可能收集,并用硫磺粉盖在洒落的地方,使汞转化为不挥发的硫化汞。

1.1.5 实验数据处理基础知识

为了得到准确可靠的实验结论,不仅需要实验过程中准确测定数据,还需要正确地记录和计算分析结果,即对实验数据进行处理。这里只简单介绍实验过程中会用到的数据处理的相关知识,详细内容请参考《试验设计与数据处理》等相关书籍。

1.1.5.1 有效数字的意义及位数

记录实验数据时应取几位数字,计算分析结果时应保留几位数字,这就需要了解有效数字的概念。有效数字是指实验中实际能测量到的数字。例如,某物体在台秤上称量得4.6 g,由于台秤可称量至0.1 g,因此该物体的质量为 (4.6 ± 0.1) g,它的有效数字是两位。如果该物体在分析天平上称量,得4.615 5 g,由于分析天平可称量至0.000 1 g,因此该物体的质量为 $(4.615 5 \pm 0.000 1)$ g,它的有效数字是五位。又如,用滴定管取液体,能估计到0.01 mL。该数若为23.43 mL,则表示该测量数据为 (23.43 ± 0.01) mL,它的有效数字是四位。可见,在有效数字中最后一位是估计数,不是十分准确的。除有特殊说明外,一般认为它有 ± 1 单位的误差,称作不定数字或可疑数字,其余数字都是准确数字。因此任何超过或低于仪器精确限度的有效数字的数字都是不恰当的。例如上述滴定管读数为23.43 mL,不能当作23.430 mL,也不能当作23.4 mL,因为前者夸大了仪器的精确度,而后者缩小了仪器的精确度。因此,实