

高等学校教材

含能材料实验

舒远杰 霍冀川 主编



化学工业出版社

高 等 学 校 教 材

含能材料实验

舒远杰 霍冀川 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

元 册 定 价 五

本书根据相关专业教学要求和科学技术的发展,精选了重要且具有代表性的含能材料制备与表征实验。全书共分为四个部分,第一部分介绍了含能材料实验基础知识;第二部分为含能材料基础实验,主要包括含能材料实验的基本操作、分析检测和简单制备实验;第三部分为含能材料综合实验;第四部分为含能材料设计研究实验。

本书内容丰富,选材合适,可作为高等院校相关专业的实验教材,适合本科生、研究生和教师阅读,也可供从事含能材料合成、分析和研究的科研和工程技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

含能材料实验/舒远杰,霍冀川主编. —北京:化学工业出版社, 2012. 2

ISBN 978-7-122-13192-8

I. 含… II. ①舒…②霍… III. 功能材料-实验-教材 IV. TB34-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 000762 号

责任编辑:刘俊之

文字编辑:颜克俭

责任校对:宋 玮

装帧设计:张 辉

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印 装:三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张8 字数157千字 2012年4月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价: 26.00 元

版权所有 违者必究

前 言

含能材料作为一种特殊的能源，在军事、民用等多个领域有着广阔的应用前景。随着我国国防事业和经济建设的发展，对含能材料领域人才的需求量越来越大。针对这种需求，国内多个高校和科研院所已开设含能材料学科的相关课程。从教学的角度来说，如果课堂教学能够与实验相互配合，可以起到相互促进的作用，起到较好的教学效果。此外，实验技术的训练，对学生动手操作能力的提高尤为重要。无论教学与科研，都必须以实验为基本手段。因此开设含能材料实验课，对于提高教学质量可起到上述的促进作用。

本书正是根据含能材料实验课的开设编写而成，在系统全面介绍含能材料实验基础理论知识、基本操作和分析检测的同时，有选择性地补充了含能材料综合实验和设计实验，符合专业教材打好基础、精选内容、逐步更新、层层深入从而提高教学质量的要求，较好地适应了社会主义现代化建设培养人才的需要。

本书可作为高等院校含能材料相关专业的本科生、研究生教材，对从事含能材料合成、分析和研究的科研和工程技术人员均有较好的参考价值。

研究生孙毅、刘勇、张浩斌、徐金江等参加了资料整理和编辑工作，熊鹰、池钰、陈捷、蒋治海等同志参与了部分资料整理，在此表示感谢！

由于作者水平有限，书中不当之处在所难免，敬请读者评判指正。

编者
2011年12月

目 录

常用缩写和符号	1
第 1 章 含能材料实验基础知识	2
1.1 含能材料实验课程的地位和作用	2
1.2 含能材料实验室的一般控制措施	2
1.3 含能材料实验室安全预防事项	3
1.4 含能材料的毒性危害	4
1.5 含能材料实验室废弃含能材料处理	4
参考文献	6
第 2 章 基础实验与含能材料的制备实验	7
实验 1 RDX 的重结晶	7
实验 2 混合炸药中石蜡的萃取	9
实验 3 毛细管法测定 RDX 的熔点	10
实验 4 显微温台法测定苯并三氧化吡咱的熔点	12
实验 5 TATB 的红外分析	14
实验 6 TNT 的紫外-可见吸收光谱分析	16
实验 7 PETN 的 X 射线衍射分析	18
实验 8 炸药装药厂排放废水中 RDX 的高效液相色谱分析	21
实验 9 TNT 凝固点测定	23
实验 10 密度瓶法测定 HMX 密度	24
实验 11 烘箱法测定 TATB 的水分和挥发分	26
实验 12 卡尔·费休法测定端羟基聚丁二烯的水分	27
实验 13 蒸馏法测定硝酸炸药的水分	29
实验 14 TATB 的灰分测定	30
实验 15 筛选法测定 HMX 基混合炸药粒度	31
实验 16 激光粒度仪法测定 TATB 粒度	33
实验 17 六硝基芪的热重-差热分析	34
实验 18 真空安定性试验法分析 HMX 基混合炸药与聚氨酯的相容性	36
实验 19 微热量热计法分析 RDX 与丙烯醛-季戊四醇树脂的相容性	40
实验 20 特屈儿 5s 延滞期爆发点的测定	41
实验 21 酸度计法分析硝基胍的 pH 值	43

实验 22	酸碱滴定法分析 HMX 的酸度	44
实验 23	重量法测定发射药中硫酸钾含量	45
实验 24	甲醛法测定发射药中高氯酸铵含量	47
实验 25	火工品药剂的吸湿性测定	49
实验 26	HMX 线膨胀系数的测定	50
实验 27	TNT 撞击感度的测定	52
实验 28	RDX 摩擦感度的测定	54
实验 29	火工品药剂静电火花感度的测定	56
实验 30	炸药爆热的测定	58
实验 31	炸药爆速的测定	63
实验 32	硝基苯的制备	66
实验 33	苯胺的制备	68
实验 34	季戊四醇的制备	70
实验 35	间硝基苯胺的制备	72
实验 36	重氮化反应实验	73
第 3 章	综合实验	77
实验 37	TATB 的合成	77
实验 38	CL-20 的合成	79
实验 39	FOX-7 的合成	81
实验 40	HMX 基混合炸药的成分分析	84
实验 41	超细 TATB 的制备	86
实验 42	铜/二氧化钛光催化降解 HMX 动力学	89
实验 43	二甲基硝胺红外光谱的计算	92
实验 44	FOX-7 生成热的计算	93
实验 45	B 炸药组分含量的色谱分析	95
实验 46	分析用 TCTNB 高纯物质的制备	98
第 4 章	设计研究实验	103
实验 47	工业炸药	103
实验 48	废旧发射药制备工业炸药	104
实验 49	TNT 废水处理	105
实验 50	纳米含能材料的制备	106
实验 51	超细含能材料的微胶囊化	107
实验 52	TNT 包覆 RDX	108
实验 53	含能薄膜材料的制备	109
实验 54	烟火药剂的制备	109
实验 55	含能材料的计算机模拟	110

实验 56	高能固体推进剂	111
实验 57	GAP 的热行为及其与接触组分的相容性	113
实验 58	含能材料贮存老化及释气分析	114
实验 59	复合固体推进剂的寿命评估	115
实验 60	超临界水氧化处理炸药废水	116
实验 61	溶胶-凝胶法制备纳米复合炸药	117
实验 62	高品质钝感单质炸药的制备	117
实验 63	含能材料结构与性能的理论评估	118
附录	120
附录 1	重结晶常用溶剂的性质	120
附录 2	RDX 在不同溶剂中的溶解度	120
附录 3	蒸馏水的温度与密度对照表	121
附录 4	爆炸概率置信区间 (P_1, P_0) 表 (置信水平 0.95)	121

常用缩写和符号

缩写和符号	中文名	英文名
ADN	二硝酸铵	ammonium dinitramide
AP	高氯酸铵	ammonium perchlorate
BTATz	3,6-双(1-氢-四唑-5-氮)-1,2,4,5-四嗪	3,6-bis(1H-tetrazol-5-amino)-1,2,4,5-tetrazine
CL-20	2,4,6,8,10,12-六硝基六氮杂异伍兹烷	2,4,6,8,10,12-hexanitrohexaazaisowurtzitane
DATB	1,3-二氨基-2,4,6-三硝基苯	1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzene
DNAF	3,3'-二硝基-4,4'-氧杂偶氮呋喃	dinitroazofuroxan
DNAZ	3,3-二硝基氮杂环丁烷	3,3-dinitroazetidine
DNP	2,4-二硝基苯酚	2,4-dinitrophenol
FOX-7	1,1-二氨基-2,2-二硝基乙烯	1,1-diamino-2,2-dinitroethylene
HBIW	六苄基六氮杂异伍兹烷	hexabenzylhexaazaisowurtzitane
HMX	奥克托今	1,3,5,7-tetranitro-1,3,5,7-tetraoctane(octogen)
HNIW	2,4,6,8,10,12-六硝基六氮杂异伍兹烷	2,4,6,8,10,12-Hexanitrohexaazaisowurtzitane
HNO	<i>N,N</i> -二(2,4,6-三硝基苯基)乙烷二酰胺	<i>N,N</i> -bis(2,4,6-trinitrophenyl)ethanediamide
LLM-116	4-氨基-3,5-二硝基吡唑	4-amino-3,5-dinitropyrazole
NC	硝化棉	nitrocellulose
NG	硝酸甘油	nitroglycerin
NQ	硝基胍	nitroguanidine
NTO	硝基三唑酮	nitrotriadimefon
ONC	八硝基立方烷	octanitrocubane
PETN	太安	pentaerythritol tetranitrate
RDX	黑索今	1,3,5-trinitro-1,3,5-triazacyclohexane(hexogon)
TATB	三氨基三硝基苯	2,4,6-triamino-1,3,5-trinitrobenzene
Tetryl	2,4,6-三硝基苯甲硝胺	trinitrophenylmethylnitramine
TNAZ	1,3,3-三硝基氮杂环丁烷	1,3,3-trinitroazetidine
TNB	1,3,5-三硝基苯	1,3,5-trinitrobenzene
TNT	2,4,6-三硝基甲苯	2,4,6-trinitrotoluene

第 1 章

含能材料实验基础知识

含能材料是在外部激发能作用下，能发生剧烈反应并对周围介质做功的化合物或混合物。随着科技的发展，含能材料在人类生活各个领域的应用越来越广泛，而这些应用大多基于含能材料的爆破和摧毁能力，但含能材料在发生爆破和摧毁既定目标的同时，也经常发生各种意外事故，对相关人员的生命安全造成威胁和损害。

含能材料实验主要包括含能材料的制备与合成、分析检测、性能表征及设计研究实验。所有与含能材料实验相关的活动都是非常危险的，因此在进行实验时应该特别小心，防止一切意外爆炸可能性的发生。下面将介绍在含能材料实验室中应注意的一些问题。

1.1 含能材料实验课程的地位和作用

“含能材料实验”是“炸药学概论”课程的配套实验课程。通过实验教学，可以掌握实验室制备火药、炸药、起爆药的合成、制备实验方法和操作技能；掌握含能材料的性能测试方法；培养学生分析问题、解决问题和撰写科学实验报告的能力；培养学生严谨的科学作风和安全观念。

本课程的基本要求：

- (1) 了解实验室技安知识；
- (2) 掌握含能材料合成、制备和性能表征的基本方法；
- (3) 掌握含能材料及其器件性能测试的基本方法；
- (4) 掌握正确获取和处理实验数据的基本方法。

1.2 含能材料实验室的一般控制措施

(1) 在含能材料存放、处理或实验区域内禁止吸烟，不得将火柴、打火机和其他容易产生火光、火星和火花的物品带入含能材料实验室。

(2) 不得随身把金属物件（如钥匙、首饰、小刀、硬币等）带进含能材料加工地

区，这些东西掉在加工件上会构成危险。

(3) 含能材料实验室内禁止吃食物和喝饮料，禁止将咖啡壶、加热炉、烤箱（包括微波炉）和便携式加热器带入含能材料实验室。

1.3 含能材料实验室安全预防事项

(1) 含能材料或某些用来与含能材料相接触的材料接触皮肤时，会穿过皮肤而被人体吸收，因此操作时应佩戴合适种类的手套；当不能排气通风、不能控制空气中的颗粒、气体以及操作过程中释放的蒸气时，必须使用有效的呼吸保护措施，如口罩、防尘面罩等；另外，在实验室处理含能材料时，必须戴上适当的防护眼镜。

(2) 实验室中存放的炸药量应为操作所需的最小量，应等于或小于指定的限量。在实验室未使用时，未处理的炸药物质只要是安全的就可以存放，但应按规定摆放。

(3) 一次不可处理多于数克的干炸药，如有必要处理较多的炸药时，应将试样分成数份，并将其贮存在防护屏后，且处理量不得超过需要量。

(4) 不要采用金属或陶瓷刮勺。

(5) 尽量不要研磨起爆药，如需研磨，一次只宜处理数毫克试样，且应在防护屏后进行，最好采用木制杵槌；炸药可以用惰性物质稀释，以尽量减少其危险性。典型的猛炸药一般可用光滑的乳钵（如玻璃、玛瑙或瓷制杵槌）研磨，但每次只宜处理少量试样。

(6) 起爆药一般对光比较敏感，不能将其长期暴露于光线下。

(7) 含能材料通常对静电火花十分敏感，因此在对炸药、起爆药的处理过程中，必须采取各种积极措施加以控制或消除静电。在操作炸药、推进剂等对来自人体的静电火花起爆敏感的物质时，应使用导电性的工作台面、地板和鞋以使操作人员良好接地。操作人员应穿棉制（或别的防静电材料）外衣、下装，包括袜子。此外，通过增高湿度也可有效防止实验室静电积累。

(8) 对含能材料实验室需要进行良好的维护，不可让微量炸药积聚于实验室的缝隙处或其他地方，应定期对实验室进行清洁，及时处理带水容器中暂时存有的多余炸药。

(9) 禁止通过实验室的排水系统处理炸药，操作时应特别小心，防止化合物进入下水道与铁或锈反应生成敏感性的盐，如苦味酸及其盐。

(10) 实验中，有时可能需要加热来引发或维持反应，增加溶解性等，应使用蒸汽、水浴、油浴或实验室允许的电加热装置（如加热罩）来间接加热。

(11) 应对实验室中必须承受负压或高压的所有玻璃或易损仪器定期进行恰当的

防护。

1.4 含能材料的毒性危害

含能材料中含有硝基、胺基、硝酸酯基、叠氮基、硝氨基等多种官能团，通过口腔、呼吸道和皮肤被人体吸收后，极易在体内分解成各种对身体有毒害的物质，损伤人体的器官和组织，危害其身体健康。表 1 中列出了一些常见含能材料的毒性。面对含能材料毒性的危害，为了保护从事含能材料研究、生产和使用人员的健康和安，防毒显得至关重要。以下是在含能材料处理过程中避免与这些材料过度接触的预防措施。

表 1 常见含能材料的毒性

含能材料名称	毒 性
TNT	吸入 TNT 能刺激黏膜,引起打喷嚏、咳嗽、喉咙肿痛。长期接触 TNT 能产生中毒性肝炎、白内障、皮炎等
RDX	对人较为安全
HMX	微弱,抑制心血管
NQ	毒性轻微,目前尚未有人中毒的报道
PETN	毒性轻微
TATB	轻微,不会引起粉尘吸入急性中毒,但有潜伏性中毒
NC	无毒
DATB	80℃ 情况下没有直接危险,但它与那些能引起皮肤过敏、癌症、体内生理损伤的物质是同族化合物
CL-20	对皮肤无刺激作用
TNB	有毒,吸入过量会产生急性或慢性全身性中毒
Tetryl	能染黄人的皮肤引起皮炎,并能刺激人的眼睛和鼻膜
HNS	毒性轻微

- (1) 操作前了解含能材料对健康的危害及控制措施。
- (2) 在通风良好的环境下操作，并保证局部通排风状况良好。通风除尘是一种常用的降低空气有毒物质浓度的重要措施。
- (3) 采取合适的个人防护措施。个人防护主要分为皮肤防护、呼吸道防护两个方面。个人防护是防止有毒气体、烟、雾、粉尘等侵入人体的最后一道防线。

1.5 含能材料实验室废弃含能材料处理

废弃含能材料主要采用燃烧法和化学法进行销毁。

1.5.1 燃烧法

燃烧法是指将待销毁的废药铺成一定厚度和一定宽度的长条，用导火索点火使废药燃烧从而达到销毁的目的。采用燃烧法处理各种废弃含能材料时，应符合以下要求。

- (1) 烧毁应在下风方向进行点火。
- (2) 点火前应放足烧毁所用的引火物，严禁在烧毁过程中添加物料。
- (3) 不准将火药、炸药、引信、火工品混烧。
- (4) 一般不宜在同一场地连续烧毁，必要时应等地面冷却到常温时方可进行再次燃烧。
- (5) 多条铺设烧毁时，宜采用电点火工具进行点火。
- (6) 烧毁时应将引火物或导火索铺设好，不准弯曲。
- (7) 导火索使用前应先检查，不得折伤、变形、受潮、发霉、变质和粘有油污。导火索的长度应大于导火索燃速与销毁员从作业点步行撤回掩体所用时间乘积的 2 倍，最短不少于 1m，严禁用速燃导火索，待废药完全销毁后，操作人员方可离开现场。

部分废弃含能材料燃烧时，铺设厚度、宽度按表 2 规定执行，多条铺设时，条与条之间距离应不小于 5m。废弃火工品、起爆药及击发药若采用燃烧法销毁，宜采用焚烧炉或专用烧毁设备，烧毁前应与机油按 2:1 比例，在容器中经 24h 钝化处理。

表 2 部分废弃含能材料烧毁铺设要求

销毁物品名称	铺设厚度/cm	铺设宽度/cm
梯恩梯、黑索今、混合炸药、硝酸炸药、含水 10%~15% 硝化棉、火药	2	30
单基、双基、三基药	10	150
双基片状药	5	100
大型药柱	单件销毁	

1.5.2 化学法

常用含能材料的化学销毁方法列于表 3 中。

总的来说，含能材料的种类多样，用途广泛。对于不同种类的含能材料，其安全使用的注意事项也各有不同。在进行含能材料实验时，应严格遵守含能材料实验室的相关规定，消除所有可能的意外爆炸隐患、减轻和消除发生意外爆炸的后果。

表 3 常用含能材料的化学销毁方法

废药名称	销毁方法	备注
雷汞	常用 25% 的硫代硫酸钠处理。还可用硫化钠溶液、氢氧化钠溶液、盐酸、硝酸处理	1. 禁用硫酸处理 2. 防汞蒸气中毒
叠氮化铅	1. 用 5 倍量的 10% 氢氧化钠溶液混合, 放置 16h 后将浮在上层的叠氮化铅溶液倾出, 并埋入土壤中 2. 溶解于 10% 的醋酸铵溶液中, 再加入 10% 的重铬酸钠或重铬酸钾溶液, 直至铬酸铅沉淀为止 3. 用 500 倍量的水浸湿, 缓慢加入 12 倍量的 25% 的亚硝酸钠进行搅拌, 然后加入 14 倍量的 36% 的硝酸或硫酸	1. 禁用浓硝酸、浓硫酸处理 2. 检查销毁结果, 用三氯化铁溶液, 若产生红色时说明处理不彻底有氮化铅存在, 应进一步处理
三硝基间苯二酚铅	1. 溶解于 40 倍量的 20% 氢氧化钠溶液, 或 100 倍量的 20% 醋酸铵中, 加入半倍量的重铬酸钠和 10 倍量的水所组成的溶液 2. 用浓硝酸处理	—
四氮烯	用 60~70℃ 的热水或沸水处理	—
二硝基重氮酚	用 0.5% 氢氧化钠溶液或 10%~15% 的硫化钠溶液处理	—
击发药	击发药含有雷汞时, 可用硫代硫酸钠分解后过滤, 将沉淀物至销毁场烧毁	—
梯恩梯	用硫化钠或亚硫酸钠处理	—
黑索今	用 20 倍量 5% 氢氧化钠溶液分解	—
特屈儿	缓慢加至 13% 的水和硫化钠溶液中搅拌处理	—
硝基胍	常温下溶于 15 倍量的 45% 的硫酸中, 加热至气体逸尽为止	—
泰安	溶于丙酮中燃烧销毁	—
硝酸甘油	在搅拌下, 将其缓慢加入至 10 倍量的 18% 的硫化钠溶液中	—
乙烯二硝胺	将其加入至热稀硝酸中或 5 倍量的 20% 氢氧化钠中	—

参 考 文 献

- [1] 舒远杰, 龙新平. 含能材料辉煌的 21 世纪. 四川省中青年专家大会, 2002, 10.
- [2] 欧育湘. 炸药分析. 北京: 国防工业出版社, 1978.
- [3] 美国能源部, 炸药安全手册. 中国工程物理研究院化工材料研究所编译.
- [4] GJB 5120—2002. 废火药、炸药、弹药、引信及火工品处理、销毁与贮运安全技术要求. 北京: 国防科学技术工业委员会, 2002.
- [5] 董海山. 高能炸药及相关物性能. 北京: 科学出版社, 1989.

第 2 章

基础实验与含能材料的制备实验

实验 1 RDX 的重结晶

一、实验目的

- (1) 掌握重结晶提纯固体含能材料的原理与方法。
- (2) 熟悉重结晶提纯的操作方法。

二、实验原理

固体单质含能材料在溶剂中的溶解度受温度的影响很大。通常，升高温度会使溶解度增大，而降低温度则使溶解度减小。如果将固体单质含能材料制成热的饱和溶液，然后使其冷却，就有晶体析出。重结晶操作就是利用被提纯组分与杂质在溶剂中于不同温度时溶解度的差异，或者经热过滤将溶解性差的杂质滤除；或者让溶解性好的杂质在冷却结晶过程仍保留在母液中，从而达到分离纯化的目的。

重结晶实验主要包括如下环节：选择溶剂；热溶液的制备及热过滤；结晶析出；减压过滤与干燥。好的重结晶溶剂必须符合以下条件。

- (1) 溶剂不和重结晶物质发生化学反应。
- (2) 在高温时，重结晶物质在溶剂中的溶解度较大，而在低温时很小。
- (3) 杂质在溶剂中的溶解度或者是很大（重结晶物质析出时，杂质仍留在母液内），或者很小（重结晶物质溶解在溶剂中时，可借助过滤将不溶的杂质滤去）。
- (4) 重结晶物质在溶剂内有较好的结晶状态，有利于与溶剂分离。
- (5) 溶剂的沸点适宜。溶剂的沸点高低，决定了操作时温度的选择。
- (6) 溶剂的市场价格、毒性、易燃性，决定了重结晶操作成本的高低与操作安全性的评价。

为了寻找合适的溶剂进行重结晶操作，可以直接从资料获得，部分溶剂参数列于附录 1 中。

有时不能选出单一的溶剂进行重结晶，则可应用混合溶剂进行实验。常用的混合溶剂有：水-乙醇、水-丙酮、乙醚-苯、苯-石油醚等。

RDX 为白色晶体，溶于丙酮、二甲基甲酰胺、二甲基亚砷。微溶于乙醇、吡啶，不溶于苯、二硫化碳、四氯化碳、氯仿、乙酸乙酯、乙醚和水。RDX 在不同溶剂中

的溶解度见附录 2。本实验选用丙酮作为溶剂。

样品溶解时。用圆底烧瓶和球形冷凝管装配回流冷凝装置。一般置于水浴中加热溶解样品。将固体试样加入烧瓶后，先加少量溶剂，开冷凝水，升温加热至沸腾，然后分几次从管口加入少量溶剂，每次加入后均需要沸腾，直至样品全部溶解。若补加溶剂后，仍未见残渣减少时，应视其为杂质，在以后的热过滤操作中将其滤去。若溶液中含有带色的杂质或树脂状杂质时，可在溶液经加热全部溶解并经稍微冷却后，从冷凝管的管口加入占重结晶样品总量 1%~2% 的活性炭，继续煮沸 5~10min，然后进行下一步的热过滤。

热过滤：用放了折叠滤纸的保温漏斗进行热过滤。分几批将含有活性炭的热溶液倒在滤纸上，趁热过滤滤液，滤液中不应有黑色的活性炭颗粒存在。也可将布氏漏斗预热后，在布氏漏斗上进行减压过滤。

结晶：经加热过滤后的热溶液若慢慢放冷，可形成颗粒较大的结晶。若用冷水冷却，则得到颗粒细小的结晶。大颗粒结晶的纯度要超过细小颗粒结晶的纯度。若经冷却后，没有晶体析出，可用玻璃棒摩擦试管内壁，以形成晶种，促使晶体的生成与生长。也可以加入少许与试样同样结构的纯标准样品作为晶种，促进晶体生长。

减压过滤与干燥：将上述已含有晶体的溶液进行减压过滤，用与重结晶相同的溶剂进行洗涤，压干后进行晒干或烘干。

三、主要仪器与试剂

- (1) 仪器 真空泵，天平，圆底烧瓶，球形冷凝管，布氏漏斗。
- (2) 试剂 RDX，丙酮（分析纯）。

四、实验步骤

安全防护：丙酮易燃，避免与明火直接接触，RDX 能发生爆炸反应，注意防护。

称取 1.5~2.0g 粗 RDX，加入到装有适量丙酮的 50mL 圆底烧瓶中，并加入一粒沸石，安装球形冷凝管，接通冷却水，加热至沸腾后，观察 RDX 的溶解情况。若仍存在未溶完的 RDX，则停止加热，从球形冷凝管上端倒入几毫升丙酮，重新加热至沸腾。如此反复，直至加入的丙酮使烧瓶内的 RDX 在沸腾的状态下刚好全部溶解，再多加 5~10mL 丙酮。

将沸腾溶液稍微冷却后，加入 0.1g 粉状活性炭，再加热沸腾 2~3min 后即可趁热过滤。在过滤前，应事先将布氏漏斗预热。滤液收集在烧杯内自然冷却至室温，此时应有大量结晶析出。用布氏漏斗减压过滤，用 10mL 丙酮分两次洗涤滤饼，得到无色晶体。将其放置培养皿中干燥后称量。

五、思考题

- (1) 为使重结晶得到较纯产品和较高的回收率，溶剂的实际用量比理论量多

10%~15%，为什么？

(2) 抽滤完毕后为何先将抽滤瓶与真空装置连接的橡皮管拔去？

参 考 文 献

[1] 周志高. 有机化学实验. 北京: 化学工业出版社, 1998.

[2] 焦家俊. 有机化学实验. 上海: 上海交通大学出版社, 2000.

实验 2 混合炸药中石蜡的萃取

一、实验目的

- (1) 了解萃取的原理。
- (2) 掌握固体物质的萃取操作。

二、实验原理

萃取是指把某种物质从一相转移到另一相的过程，常用的有液-液和固-液萃取。液-液萃取是利用物质在互不相溶的不同溶剂中的溶解度或分配比不同来进行分离。用萃取法处理固体混合物时，萃取的效果基本上由混合物各组分在所选用的溶剂内不同溶解度、固体的粉碎程度及用新鲜溶剂再处理的时间所确定。从液相中萃取通常用分液漏斗进行。实际操作中，难溶于水的物质，用石油醚或汽油从水溶液中萃取，易溶于水的物质用乙酸乙酯或其他相似溶剂提取。萃取时，把试样分成几小份，多次萃取比用同样量一次萃取的收效要大。

将固体研细后放入容器内，用溶剂长期浸泡这是最简单的固体物质萃取的方法，显然这是一种效率不高的方法，也可以加入合适溶剂，振荡，过滤，从萃取液中分离出萃取物，反复操作。若被提取的物质特别容易溶解，也可以把固体混合物放在放有滤纸的锥形玻璃漏斗中，用溶剂洗涤。这样，所要萃取的物质就可以在溶剂中分离，被过滤出来。如果萃取物质的溶解度很小，则用洗涤方法要消耗大量的溶剂和时间。在这种情况下，使用索氏提取器(Soxxhlet，装置示意如图 1 所示)，进行连续萃取，是一种效率较高的萃取方法。即将滤纸做成与提取器大小相适应的套袋，然后把固体混合物放置在纸套袋内放入提取器中。溶剂的蒸气从烧瓶上升到冷凝管中，冷凝后，回流到固体混合物，溶剂在提取器内到达一定的高度时，就和所提取的物质一同从侧面的虹吸管流入烧瓶中。溶剂就这样在仪器内循环流动，把所要提取的物质集中到下面的烧

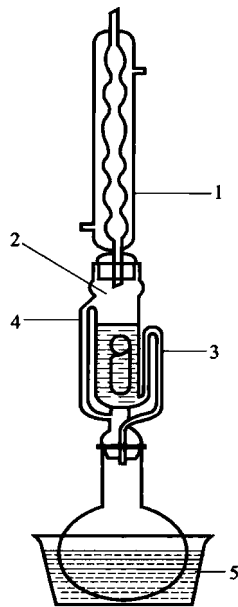


图 1 索氏提取器示意

1—冷凝管；2—提取管；3—虹吸管；4—连接管；5—提取瓶

瓶里。

混合炸药中的石蜡，主要是多种烷烃的混合物，溶于石油醚、乙醚、苯、二硫化碳、三氯甲烷等，微溶与酮类、乙醇；而混合炸药中的其余组分不溶于石油醚，因此本实验选择石油醚为液-固萃取剂。

三、主要仪器与试剂

- (1) 仪器 索氏提取器，烧瓶，冷凝管，电热套。
- (2) 试剂 石油醚，混合炸药。

四、实验步骤

称取 3g 混合炸药装入纸套内，装到提取器内。接通电热套电源，调节旋钮大小，控制加热速度。使石油醚蒸气从烧瓶进到冷凝管中，经冷凝后回流到固体混合炸药中，石油醚在提取器内到达一定高度时，就和所提取的石蜡一同从侧面的虹吸管流入烧瓶中。连续加热 2h 后，关闭加热套电源，待烧瓶冷却后，取走烧瓶。

五、思考题

- (1) 固体混合物的萃取怎样选择溶剂？
- (2) 为什么萃取过程中，多次萃取的效果比同样量一次萃取的效果好？

参 考 文 献

- [1] 周志高. 有机化学实验. 北京: 化学工业出版社, 1998.
- [2] 焦家俊. 有机化学实验. 上海: 上海交通大学出版社, 2000.
- [3] 周科衍, 吕俊民. 有机化学实验. 北京: 高等教育出版社, 1985.
- [4] GJB 770B—2005 火药试验方法. 北京: 国防科学技术工业委员会, 2005.
- [5] GJB 772A—97 炸药试验方法. 北京: 中国兵器工业总公司, 1997.

实验 3 毛细管法测定 RDX 的熔点

一、实验目的

- (1) 了解熔点测定的意义。
- (2) 掌握毛细管法测定炸药熔点的操作方法。

二、实验原理

在大气压力下，化合物受热由固态转化为液态时的温度称为该化合物的熔点。熔点是固体有机化合物的物理常数之一，通过测定熔点不仅可以鉴别不同化合物，而且还可以定性地判断其纯度。

通常纯化合物都有确定的熔点，而且从固体初熔到全熔的温度范围（称熔程或熔距）很窄，一般不超过 0.5~1℃。但是，如果样品中有杂质，一般会导致熔程变宽。