



教育部高职高专规划教材

# 精细化学品分析

▶ 刘 春 主编  
穆华荣 主审



化学工业出版社  
教材出版中心

教育部高职高专规划教材

# 精细化学品分析

刘 春 主编  
穆华荣 主审



化学工业出版社  
教材出版中心

· 北京 ·

本书侧重介绍了紫外可见分光光度法、红外光谱、色谱法在精细化学品分析中的应用,同时也兼顾了化学分析法。该书体现了职业教育的特点,注重理论与实践的结合,突出学生实际应用能力的培养,在内容的选择上突出实用性,将具有代表性的表面活性剂、医药、农药、胶黏剂、颜料、染料、涂料及添加剂进行了归类。

本书为高职高专精细化工专业的教材,也可供相关职业培训使用。

### 图书在版编目(CIP)数据

精细化学品分析/刘春主编. —北京:化学工业出版社, 2006.5

教育部高职高专规划教材

ISBN 7-5025-8637-7

I. 精… II. 刘… III. 精细化工-化工产品-化学分析-高等学校; 技术学院-教材 IV. TQ072

中国版本图书馆CIP数据核字(2006)第043065号

---

教育部高职高专规划教材

### 精细化学品分析

刘春 主编

穆华荣 主审

责任编辑:陈有华

文字编辑:孙凤英

责任校对:宋 玮

封面设计:于 兵

\*

化学工业出版社 出版发行  
教材出版中心

(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

北京云浩印刷有限责任公司印装

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 10½ 字数 246千字

2006年6月第1版 2006年6月北京第1次印刷

ISBN 7-5025-8637-7

定 价:18.00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

# 高职高专精细化工专业规划教材 编审委员会

主任委员 丁志平

副主任委员 金万祥 秦建华 田铁牛 吴英绵  
薛叙明 赵玉奇

委 员 (按姓氏汉语拼音排序)

仓理	陈瑞珍	池永庆	冯西平
冷士良	李建业	李淑华	李雨铭
李赞忠	梁凤凯	刘春	刘风云
刘同卷	录华	穆华荣	彭德厚
邱志强	申奕	舒均杰	王霞
吴翠荣	武丽丽	徐红	张晋民
周波	周国保	朱宝轩	

## 出版说明

高职高专教材建设工作是整个高职高专教学工作中的重要组成部分。改革开放以来,在各级教育行政部门、有关学校和出版社的共同努力下,各地先后出版了一些高职高专教育教材。但从整体上看,具有高职高专教育特色的教材极其匮乏,不少院校尚在借用本科或中专教材,教材建设落后于高职高专教育的发展需要。为此,1999年教育部组织制定了《高职高专教育专门课程基本要求》(以下简称《基本要求》)和《高职高专教育专业人才培养目标及规格》(以下简称《培养规格》),通过推荐、招标及遴选,组织了一批学术水平高、教学经验丰富、实践能力强的教师,成立了“教育部高职高专规划教材”编写队伍,并在有关出版社的积极配合下,推出一批“教育部高职高专规划教材”。

“教育部高职高专规划教材”计划出版500种,用5年左右时间完成。这500种教材中,专门课(专业基础课、专业理论与专业能力课)教材将占很高的比例。专门课教材建设在很大程度上影响着高职高专教学质量。专门课教材是按照《培养规格》的要求,在对有关专业的人才培养模式和教学内容体系改革进行充分调查研究和论证的基础上,充分汲取高职、高专和成人高等学校在探索培养技术应用型专门人才方面取得的成功经验和教学成果编写而成的。这套教材充分体现了高等职业教育的应用特色和能力本位,调整了新世纪人才必须具备的文化基础和技术基础,突出了人才的创新素质和创新能力的培养。在有关课程开发委员会组织下,专门课教材建设得到了举办高职高专教育的广大院校的积极支持。我们计划先用2~3年的时间,在继承原有高职高专和成人高等学校教材建设成果的基础上,充分汲取近几年来各类学校在探索培养技术应用型专门人才方面取得的成功经验,解决新形势下高职高专教育教材的有无问题;然后再用2~3年的时间,在《新世纪高职高专教育人才培养模式和教学内容体系改革与建设项目计划》立项研究的基础上,通过研究、改革和建设,推出一大批教育部高职高专规划教材,从而形成优化配套的高职高专教育教材体系。

本套教材适用于各级各类举办高职高专教育的院校使用。希望各用书学校积极选用这批经过系统论证、严格审查、正式出版的规划教材,并组织本校教师以对事业的责任感对教材教学开展研究工作,不断推动规划教材建设工作的发展与提高。

教育部高等教育司

2001年4月3日

# 前 言

精细化学工业是我国化学工业的重要组成部分，培养精细化工专业技术人才是行业发展的需要和高职高专院校的任务。精细化学品分析在精细化工生产中占有非常重要的地位。

高等职业教育面向生产和服务第一线，培养技术应用型的专门人才。因此，本书编写的指导思想是突出高等职业教育特色，着力体现实用性和实践性，使理论与实践相结合，着重培养学生的应用能力。

本书共分7章，主要介绍了精细化学品分析的基本方法，表面活性剂分析，医药、农药分析，食品添加剂分析，涂料分析，颜料、染料分析，胶黏剂分析等内容。就常见的精细化学品的结构和分析方法特点进行了总结，选用了一些常用的分析测试方法作为学生实训内容，以求起到以点带面的作用。

本书第一、第二、第四、第五章由刘春编写，第三章由刘新奇编写，第六章由程忠玲编写，第七章由于晓萍编写。全书由刘春统稿。

本书由穆华荣主审，并提出了宝贵的意见和建议，在编写过程中得到了各有关单位领导及老师们的大力支持，在此致以衷心的感谢。

编者谨向本书的参考文献的作者表示衷心感谢。

鉴于编者水平有限，时间仓促，疏漏和不足之处在所难免，真诚希望专家及读者批评指正。

**编者**

2006年3月

# 目 录

<b>第一章 绪论</b> .....	1
<b>第一节 精细化学品分析及其分类</b> .....	1
一、精细化学品和精细化学品分析 .....	1
二、精细化学品分析的分类 .....	1
三、分析化学的历史及精细化学品分析的发展 .....	3
<b>第二节 精细化学品分析基本方法</b> .....	4
一、分析检验工作的基本程序 .....	4
二、精细化学品分析方法 .....	5
三、元素定性分析 .....	7
四、配方中各组分的分离和纯化 .....	8
五、各组分的分析与鉴定 .....	8
六、各组分的定量分析 .....	8
七、配方组分的分离原理 .....	8
八、色谱技术在配方分析中的应用 .....	10
九、精细化学品结构分析方法简介 .....	14
<b>习题</b> .....	16
<b>第二章 表面活性剂分析</b> .....	17
<b>第一节 概述</b> .....	17
一、表面活性剂的特点 .....	17
二、表面活性剂的结构 .....	17
三、表面活性剂的分类 .....	18
四、表面活性剂的亲水-亲油平衡值 (HLB) .....	18
五、表面活性剂分析试样的制备 .....	19
六、表面活性剂分析方法 .....	20
<b>第二节 表面活性剂不饱和度的测定</b> .....	20
一、测定原理 .....	20
二、试剂 .....	20
三、仪器 .....	20
四、操作步骤 .....	20
五、结果表述 .....	21
<b>第三节 表面活性剂临界胶团浓度的测定</b> .....	22
一、测定原理 .....	22

二、试剂 .....	22
三、仪器 .....	22
四、操作步骤 .....	22
第四节 表面活性剂乳化力的测定 .....	23
一、测定原理 .....	23
二、试剂 .....	23
三、仪器 .....	24
四、操作步骤 .....	24
五、结果表述 .....	24
第五节 表面活性剂中、高黏度乳液的特性测试及其乳化能力的评定方法 .....	25
一、测定原理 .....	25
二、乳液的制备 .....	25
三、乳液性能的测定 .....	25
四、乳化能力的评定 .....	27
第六节 乙氧基化醇和烷基酚硫酸盐活性物质总含量的测定 .....	27
一、测定原理 .....	27
二、试剂 .....	27
三、仪器 .....	27
四、试样及制备 .....	27
五、操作步骤 .....	27
六、结果表述 .....	28
七、精密度 .....	28
第七节 油包水乳液贮藏稳定性的测定 .....	28
一、测定原理 .....	28
二、仪器 .....	28
三、试样及制备 .....	29
四、操作步骤 .....	29
五、精密度 .....	29
第八节 阴离子表面活性剂水中溶解度的测定 .....	29
一、测定原理 .....	29
二、试剂 .....	30
三、仪器 .....	30
四、试样及制备 .....	30
五、操作步骤 .....	30
六、结果表述 .....	31
习题 .....	31
<b>第三章 医药、农药分析</b> .....	<b>32</b>
第一节 概述 .....	32
一、基本知识 .....	32
二、分析的主要任务 .....	33



三、质量和质量标准 .....	33
第二节 医药中杂质的检验 .....	34
一、医药杂质的检验方法 .....	34
二、一般杂质的检验 .....	35
第三节 医药的鉴别 .....	40
一、巴比妥类医药的鉴别 .....	40
二、芳酸类医药的鉴别 .....	40
三、芳胺类医药的鉴别 .....	41
四、磺胺类医药的鉴别 .....	41
五、杂环类医药的鉴别 .....	41
六、生物碱的鉴别 .....	42
七、维生素类医药的鉴别 .....	42
八、 $\beta$ -内酰胺类抗生素医药的鉴别 .....	42
九、甾体激素类医药的鉴别 .....	43
十、糖类医药的鉴别 .....	43
十一、醇类医药的鉴别 .....	43
十二、酚类医药的鉴别 .....	44
十三、醚类医药的鉴别 .....	44
十四、醛类医药的鉴别 .....	44
十五、酮类医药的鉴别 .....	44
第四节 医药有效成分含量的测定 .....	45
一、巴比妥类医药的测定 .....	45
二、芳酸类医药的测定 .....	46
三、胺类医药的测定 .....	47
四、磺胺类医药的测定 .....	48
五、杂环类医药的测定 .....	49
六、生物碱类医药的测定 .....	50
七、维生素类医药的测定 .....	51
八、抗生素类医药的测定 .....	52
九、甾体激素类医药的测定 .....	54
十、糖类医药的测定 .....	56
十一、醇类医药的测定 .....	57
十二、酚类医药的测定 .....	58
十三、醚类医药的测定 .....	59
十四、醛类医药的测定 .....	60
十五、酮类医药的测定 .....	61
第五节 农药物理指标的测定 .....	63
一、农药的基本知识 .....	63
二、农药物理指标的测定 .....	64
第六节 农药有效成分含量的测定 .....	69

一、二甲基亚磷酸酯含量的测定 .....	69
二、非水滴定法测定杀虫双水剂的含量 .....	70
三、电位滴定法测定敌百虫的含量 .....	72
四、薄层色谱-溴化法测定氧乐果的含量 .....	73
五、薄层色谱-溴化法测定乙酰甲胺磷的含量 .....	74
六、薄层色谱-紫外分光光度法测定多菌灵的含量 .....	75
七、紫外分光光度法测定草甘膦的含量 .....	77
八、气相色谱法测定敌敌畏的含量 .....	78
九、气相色谱法测定稻瘟灵的含量 .....	79
十、气相色谱法测定速灭威的含量 .....	80
十一、高效液相色谱法测定辛硫磷的含量 .....	82
十二、液相色谱法测定氯氰菊酯乳油中氯氰菊酯的含量 .....	83
十三、气相色谱法测定食品中有机磷农药的残留量 .....	84
习题 .....	86
<b>第四章 食品添加剂的分析</b> .....	<b>89</b>
<b>第一节 概述</b> .....	<b>89</b>
一、食品添加剂的定义和分类 .....	89
二、食品添加剂的使用要求和管理 .....	90
三、食品添加剂的使用标准 .....	90
四、食品添加剂的毒性学评价 .....	90
<b>第二节 食品中栀子黄的测定</b> .....	<b>90</b>
一、高效液相色谱法 .....	91
二、薄层色谱法 .....	92
<b>第三节 红曲色素的测定</b> .....	<b>93</b>
一、测定原理 .....	93
二、试剂 .....	93
三、仪器 .....	94
四、操作方法 .....	94
<b>第四节 饮料中咖啡因的测定</b> .....	<b>94</b>
一、紫外分光光度法 .....	95
二、高效液相色谱法 (HPLC) .....	97
<b>第五节 三聚磷酸钠中氟化物含量的测定</b> .....	<b>98</b>
一、原理测定 .....	98
二、试剂 .....	98
三、仪器 .....	98
四、试验过程 .....	99
五、试验结果表示 .....	99
<b>第六节 紫胶红色素的测定</b> .....	<b>99</b>
一、技术要求 .....	99
二、试验方法 .....	100

第七节 环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)的测定	105
一、适用范围	105
二、产品基本物化参数和用途	105
三、技术指标	108
习题	108
<b>第五章 涂料分析</b>	<b>110</b>
第一节 概述	110
一、涂料及其作用	110
二、涂料的分类	111
三、涂料的组成	111
第二节 涂料中甲醛的测定	114
一、概述	114
二、甲醛测定方法简介	114
三、测定实例:氨基树脂中游离甲醛的测定	115
第三节 氯苯的测定	116
一、主题内容与适用范围	116
二、引用标准	116
三、技术要求	116
四、试验方法	117
五、检验规则	119
六、标志、包装、运输、贮存	120
第四节 聚氨酯涂料中游离甲苯二异氰酸酯的测定	120
一、适用范围	120
二、方法原理	120
三、材料	120
四、试剂	120
五、仪器	120
六、色谱操作条件	121
第五节 水性涂料中挥发性有机化合物的测定	121
一、不同的标准由于 VOC 定义不同而引起 VOC 值的差异	121
二、不同测试方法造成 VOC 结果的差异	122
三、挥发分、水分、样品密度的测定偏差对 VOC 结果的影响	122
四、对不同 VOC 含量的涂料应选择相应的检测标准	124
五、讨论	125
第六节 环氧酚醛涂料的各项卫生指标的测定	126
一、主题内容与适用范围	126
二、引用标准	126
三、取样方法	126
四、感官检查(包括原材料和成型品)	126
五、样品处理	126

六、浸泡条件·····	126
七、理化检验·····	127
习题·····	131
<b>第六章 颜料、染料分析</b> ·····	<b>132</b>
第一节 概述·····	132
一、颜料·····	132
二、颜料的分类和结构·····	132
三、染料·····	133
四、染料的分类及结构·····	133
第二节 染料的分光光度法定量分析·····	134
一、商品染料·····	134
二、染浴中的染料·····	135
三、纤维表面上的染料·····	135
四、纤维中染料的测定·····	137
第三节 漆膜颜色表示方法及其测量·····	138
一、颜色的基本概念·····	138
二、有关漆膜颜色的标准·····	138
三、漆膜颜色表示方法及测量·····	138
第四节 偶氮染料的测定·····	140
一、概述·····	140
二、氯化钛法·····	141
三、 $Ti_2(SO_4)_2$ 甘油液电位滴定法·····	141
习题·····	142
<b>第七章 胶黏剂分析</b> ·····	<b>143</b>
第一节 概述·····	143
一、胶黏剂的分类与组成·····	143
二、粘接机理与影响粘接强度的主要因素·····	147
第二节 胶黏剂分析方法·····	150
一、概述·····	150
二、测定相对分子质量的方法·····	151
三、转变温度测量·····	152
习题·····	153
<b>参考文献</b> ·····	<b>154</b>

# 第一章 绪 论

## 学习目标

1. 掌握精细化学品分析的定义。
2. 掌握精细化学品分析的分类。
3. 认识精细化学品分析在精细化学品工业中的作用。
4. 了解精细化学品分析的发展趋势。
5. 掌握精细化学品分析的一般程序，初步了解精细化学品分析的基本方法原理。

## 第一节 精细化学品分析及其分类

### 一、精细化学品和精细化学品分析

精细化学品是指精细化工产品，也称为专用化学品，区别于通用化学品，是指全面要求产品功能和性能的一类化学品，可按其商品使用性质分为中间体、多用途功能化合物和最终用途化学品。精细化学品是以通用化学品为原料，合成工艺中步骤较多，反应复杂，产量小而产值高，并具有特定应用性能的产品。所以通常将产量较少的或用途专一的化工产品划分为精细化学品。

精细化学品分析是分析化学在精细化学品工业上的应用，是指导精细化学品生产、科研的重要工具。原料的选择、流程控制、新产品试制、成品检验、三废处理及利用等都必须依赖分析结果作依据。精细化学品分析是研究精细化学品及其生产过程中中间体成分分析的理论及分析方法。

分析化学不仅应用广泛，它所采用的方法也多种多样。多年来，人们从不同的角度，如根据分析工作的目的、任务、对象方法和原理的不同对分析方法进行了分类。

### 二、精细化学品分析的分类

(1) 根据分析对象的种类分类 可以分为：①表面活性剂分析；②医药、农药分析；③胶黏剂分析；④涂料分析；⑤颜料、染料分析；⑥食品添加剂分析等。

(2) 根据分析的目的和任务分类

① 定性分析 鉴定物质是由哪些元素、原子团、官能团或化合物所组成的。

② 定量分析 测定物质中有关组分的含量。

③ 结构分析 了解化合物的分子结构和晶体结构。

(3) 根据分析的对象（分析对象的化学属性）分类

① 无机分析 分析的对象是无机物。

② 有机分析 分析的对象是有机物。

(4) 根据分析时所依据的物质性质(或测定原理)分类

① 化学分析法 以物质所发生的化学反应为基础。

a. 重量分析 通过化学反应及一系列操作,使试样中的待测组分转化为另一种纯粹的、固定化学组成的化合物,再称量该化合物的质量,从而计算出待测组分的含量。

b. 滴定分析 将已知浓度的试剂溶液滴加到待测物质溶液中,使其与待测组分恰好完全反应,根据加入试剂的量(浓度与体积),计算出待测组分含量。根据滴定反应的类型不同分为:酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法。

化学分析法通常用于高含量或中含量组分的测定。即待测组分在1%以上的。

② 仪器分析法 借助仪器,以物质的物理或物理化学性质为依据的分析方法。由于这类方法通常需要使用较特殊的仪器,故得名“仪器分析”。

其具体分类如表 1-1 所示。

表 1-1 仪器分析法分类

分 类	被测物理性质	相应分析方法
光学分析法	光辐射的发射	发射光谱法(X射线、紫外、可见光等)、火焰光度法、荧光光谱法(X射线、紫外、可见光)、磷光分析法、放射化学法
	光辐射的吸收	分光光度法(X射线、紫外、可见光、红外)、原子吸收法、核磁共振波谱法、电子自旋共振波谱法、浊度法
	光辐射的散射	拉曼光谱法、折射法
	光辐射的衍射	干涉法、X射线衍射法、电子衍射法
	光辐射的旋转	偏振法、旋光色散法、圆二色法
电化学分析法	半电池电位	直接电位法、电位滴定法
	电导	电导法
	电流-电压特性	极谱分析法
	电量	库仑法(恒电位、恒电流)
色谱分析法	两相间的分配	气相色谱法、液相色谱法
热分析法	热性质	热导法、热焓法
其他	质荷比	质谱法
	核性质	中子活化分析

仪器分析法的特点如下。

a. 优点 用于分析试样组分(成分分析),操作规程简便而快速,对于含量很低(如质量分数为 $10^{-8}$ 或 $10^{-10}$ 数量级)的组分,则更有其独特之处。另一方面,绝大多数仪器是将被测组分的浓度变化或物理性质变化转变成某种电性能(如:电阻、电导、电位、电容、电流等),这样就易于实现自动化和连接电子计算机。因此仪器分析具有简便、快速、灵敏、易于实现自动化等特点。对于结构分析(研究物质的分子结构或晶体结构),仪器分析法(如红外吸收光谱法、核磁共振波谱法、质谱法、X射线衍射法、电子能谱法等)也是极为重要和必不可少的工具。

b. 局限性 准确度不够高,相对误差通常在百分之几左右,有的甚至更差。同时仪器分析一般都需要以标准物进行校准,而很多标准物需要用化学分析方法来标定。而且在进行复杂物质的分析时,往往不是用一种而是综合应用几种方法。

总之,仪器分析的特点:操作简便、快捷,检出限低,仪器价格较高。

本书将讨论的仪器分析法主要有以下几种。

- a. 光学分析法 紫外-可见吸收光谱法、红外光谱法。
  - b. 色谱分析法 气相色谱法、高效液相色谱法、薄层色谱。
  - c. 其他分析法 质谱分析法、核磁共振波谱法、X 射线粉末衍射分析法、热分析法等。
- (5) 根据分析时所需的试样量分类 见表 1-2。

表 1-2 根据分析时所需的试样量分类

方法	试样质量	试液体积
常量分析	>0.1g	>10mL
半微量分析	0.01~0.1g (10~100mg)	1~10mL
微量分析	0.1~10mg	0.01~1mL
超微量分析	<0.1mg	<0.01mL

(6) 根据分析组分在试样中的相对含量(含量高低)分类 见表 1-3。

表 1-3 根据分析组分在试样中的相对含量分类

方法	分析组分在试样中的相对含量
常量组分分析(主量分析)	>1%
微量组分分析(次主量分析)	0.01%~1%
痕量组分分析(痕量分析)	<0.01%

(7) 根据分析的要求分类

① 例行分析 是指根据企业生产的需要而日常进行的常规分析,包括在线控制分析和标准分析。

② 仲裁分析 是指当几方对分析结果产生异议时,由权威分析机构进行的用于判断、作用标准结论的分析。

### 三、分析化学的历史及精细化学品分析的发展

分析化学的起源可以追溯到古代的炼金术。当时的分析手段主要依靠感官和双手。16 世纪出现了第一个使用天平的试金实验室,到 19 世纪末,分析化学基本上由定性手段和定量技术组成,进入 20 世纪,由于现代科学的发展、相邻学科间的渗透,分析化学经历了三次巨大的变革。

20 世纪 30 年代,物理化学溶液理论的发展为分析化学提供了理论基础,建立了溶液中的“四大平衡”理论,使分析化学从一门技术成为一门科学。

20 世纪 40~60 年代,物理学与电子学的发展促进了分析化学中物理方法的发展,使分析化学从以经典分析为主发展成为以仪器分析为主的现代分析化学。

20 世纪 70 年代末到现在,以计算机应用为主要标志的信息时代的来临给科学的发展带来巨大冲击,提出了许多要求,分析化学目前正处在第三次大变革时期。

目前,分析化学的使命已由单纯提供分析数据上升到从原始分析数据中最大限度地获得有用的信息和知识,也就是说:不是局限于“是什么”、“有多少”,而是要求提供物质更多的、更全面的信息,以解决生产与科研中的实际课题。

从常量、微量分析到微粒分析。如:对高纯稀土及半导体材料的分析,要求能检测每立方厘米中痕量杂质的原子数。

从组成分析到形态分析(即从元素分析到价态、形态、能态分析)。如:六价铬对人体

是剧毒的，甲基汞的毒性比金属汞和无机盐中的汞大得多，所以对天然水中的铬和汞的测定只了解总含量是不够的，还要了解各种价态和化学形态的含量。

从总体到微区、从表面分布到逐层分析。如：材料科学中，不仅要了解材料的化学组成，而且要求了解材料的结构状态，特别是微区结构状态和表面状态；有些生物组织，不仅要了解某些组分元素的含量，而且要了解它们在该组织中不同层次的分布。

从宏观组成分析到微观结构分析。如：在环境科学的研究中，人们不仅要了解其化学成分、各组分的含量，而且要了解各组分的价态及存在形式——即进行化学状态分析。

从静态分析到快速反应追踪分析。如：现代化学动力学的研究，往往要求测定活性很高、存在时间极短、浓度极低的中间产物，甚至对寿命短至微秒的组分进行测定，以便更深入地了解反应本质。

从破坏试样分析到无损分析，甚至需要做活体分析。如：对稀少和珍贵样品、文物、案件证物的分析，要求既能达到分析鉴定的目的，又要保全原物不受任何损坏。为得知生命活动的机理，要求在生物保持正常生命活动状态下，测量某些物质的量的变化。

总之，随着科技进步和检测手段的不断提高，新技术、新方法在分析检验中的应用愈来愈广泛。现代分析方法和技术的发展趋势有以下特点。

(1) 分析方法趋向微量、灵敏、专属、简易、快速和自动化 由于分析化学、电磁学、色谱学、光学、光谱学等技术的发展，商品化仪器的问世，质量标准要求的提高，分析方法不断向微量、灵敏、专属、简易、快速和自动化方向发展，这已成为总的趋向。

(2) 检测技术趋向量化 光谱法中的红外、核磁共振、质谱法等测试方法具有高分辨力，其特征的图谱具有专属性。过去因所需样品较多及定量方法尚未成熟等多种原因，主要用于定性分析。近年来，红外、核磁共振、质谱法等已可进行定量测定。

(3) 色谱分析、光谱分析及两谱联用技术的发展 色谱分析、光谱分析及两谱联用技术是分析学领域中最主要和最基本的研究手段和方法，新的方法发展迅速，层出不穷。如高分辨气相色谱分析法、高效毛细管电泳技术分析法、离子色谱分析技术、手性色谱法、胶束色谱分析法等。两谱联用技术使各种分离手段与灵敏检测技术相结合，更加提高了方法的效能，如气相色谱-质谱联用、液相色谱-质谱联用、薄层色谱-紫外光谱鉴定、薄层色谱-荧光光谱鉴定、薄层色谱-红外光谱鉴定及薄层色谱-质谱鉴定等。

(4) 分析技术、数学方法与计算机技术相结合 数学方法引入检测技术后，使分析检测工作发生了不可估量的变化。如：“傅里叶变换”是19世纪由傅里叶提出、通过数学关系进行各种函数的相互变换的数学方法。20世纪70年代以来，傅里叶变换-红外、傅里叶变换-核磁共振、傅里叶变换-质谱等先进技术已用于精细化学品分析中。计算分析是将电子计算机科学技术、应用数学和经典分析在新的层次上的一个“综合”，是分析学科的一个新分支，计算分析为分析学领域开辟、创造了新天地，并向着有关数据库的建立、智能模拟和专家系统方向发展。

## 第二节 精细化学品分析基本方法

### 一、分析检验工作的基本程序

精细化学品分析检验工作是其质量控制的重要组成部分，其目的是保证产品质量和降低



生产成本。因此，分析工作者必须树立质量第一的观念，具备高度的责任感，养成严谨求实的科学态度和工作作风，具有熟练、正确的操作技能，从而保证检验工作的公正性和客观性。

分析检验工作的基本程序如下：样品审查→取样→分析检验→记录→检验报告。

#### 1. 样品审查

在收到送检样品后，应对样品进行全面审查，如样品数量、包装情况、外观性状、检验目的等，确定检验的依据即质量标准，正确理解质量标准规定的检验项目和方法，然后进行分析。

#### 2. 取样

要进行分析检验首先需要取样。要从大量的样品中取出能代表试样整体质量的少量样品进行分析，因此，应特别注意样品的代表性与真实性，否则就失去了检验的意义。

取样的基本原则是科学、均匀、合理。所以应按规定的方法取样，而不能随意取样。

#### 3. 分析检验

分析检验时必须按照标准中规定的项目严格执行，准确地操作，并做出正确的判断。分析检验的内容主要包括鉴别、检查、含量测定三个方面。

鉴别是根据其组成、化学结构与理化性质进行试验，从而得出“是”与“否”的结论。

检查是按照标准规定的检查项目逐一进行试验。

含量测定常用化学分析法或物理化学分析法，通过测定主要成分的含量，以确定含量是否符合标准规定的要求。

#### 4. 记录

分析检验记录是分析检验结果的原始资料，也是判断质量优劣的原始依据。分析检验记录宜用钢笔书写，内容必须真实可靠、完整周到、简明具体。原始记录不得涂改（若需纠正，则注明并签名或盖章）。记录本要妥善保存以备查阅。

#### 5. 检验报告

根据分析检验的结果，写出检验报告书。检验报告书的主要内容有：检品名称、数量、外观性状、检验目的、检验依据、检验结果、结论、检验日期、检验人员和复核人员签章等。检验报告必须明确、肯定、有据。

## 二、精细化学品分析方法

### 1. 分析样品来源

分析工作的对象和目标大致来源于三个方面：国内外的新产品；天然产物；产品生产过程中的分析工作。

一般来说，民用或销售量较大的材料和制品都是一些价廉的化工原料；特殊用途的新产品或新材料，则可能会使用一些比较特殊的或先进的高分子材料或其他有机或无机材料。

不同用途的产品，要求不同的原料。如要求低摩擦的材料可能是尼龙、聚甲醛、聚乙烯等高分子材料；要承受重力与压力、加热不变形的材料，大多都是交联结构的树脂。

如果样品是一种比较特殊的产品，最好能查阅有关资料，了解该产品的使用特性、用途以及可能的结构组分等，尽可能地取得更多的知识。

如果是产品生产过程的中间分析，要了解该产品的生产流程、反应方程式、样品的来源和可能的组分。

### 2. 初步检验