



普通高等教育“十二五”规划教材

精细化学品剖析及 常用技术原理

贾长英 唐丽华 张晓娟 陈红 等编著

中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

普通高等教育“十二五”规划教材

精细化学品剖析及 常用技术原理

贾长英 唐丽华 张晓娟 陈 红 等编著

中国石化出版社

内 容 提 要

本书从应用与创新型精细化工人才的培养目标出发,以剖析过程为主线,以典型精细化学品的剖析为实例,按照剖析工作的一般程序,系统介绍剖析过程中常用且易于实现的经典方法和现代分离、分析技术,同时对分离方法的最新进展、性能检测的最新标准也作了相应介绍。书中前5章从实用角度出发,重点介绍剖析过程中各阶段常用技术及其主要原理、特点。第6章以产品剖析为例,说明各技术在不同类型精细化学品剖析中的选择与应用。

本书可作为高等院校化学化工类相关专业的相应课程教材,也可作为化学化工行业的科技人员,尤其是从事应用化学专业的新产品研发人员的培训教材和参考资料。

图书在版编目(CIP)数据

精细化学品剖析及常用技术原理 / 贾长英等编著. —北京: 中国石化出版社, 2011. 8
普通高等教育“十二五”规划教材
ISBN 978 - 7 - 5114 - 1134 - 1

I. ①精… II. ①贾… III. ①精细化工 - 化工产品 - 化学分析 - 高等学校 - 教材 IV. ①TQ075

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 163212 号

未经本社书面授权, 本书任何部分不得被复制、抄袭,
或者以任何形式或任何方式传播。版权所有, 侵权必究。



中国石化出版社出版发行

地址: 北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编: 100011 电话: (010) 84271850

读者服务部电话: (010) 84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: press@sinopec.com

北京科信印刷有限公司印刷

全国各地新华书店经销

*

787 × 1092 毫米 16 开本 16 印张 397 千字

2011 年 8 月第 1 版 2011 年 8 月第 1 次印刷

定价: 35.00 元

前 言

依据《教育规划纲要》的要求,我国高等教育的发展任务将定位在以全面提高质量为重点,更加注重提高人才培养质量、提升科学研究水平、增强社会服务能力,到2020年高等教育的最大重点就是战略性地转变发展理念及全方位注重教育质量。

精细化工是石油和化学工业的深加工产业,日渐成为石化工业发展水平的重要标志,对专有技术依赖性强,市场转型快,属快进快出的产业。由于精细化工产业门类多,受到产业政策影响大,从结构调整和技术进步角度看,培养具有剖析与研发能力、创新与实践能力的应用型高技能人才,必然是未来国内精细化工人才需求的发展方向之一。

目前,国内同类书籍屈指可数,有的侧重于学科研究,理论偏深;有的侧重于分析检测,仅适用于相关产品的质量监控。本书则依据高教改革需要和未来精细化工人才发展方向进行构思和编写,以产品剖析过程为主线,以典型精细化学品剖析为实例,按照剖析工作的一般程序,以总-分-总的结构形式,系统介绍了剖析过程中常用且易于实现的经典方法和现代分离、分析技术。结合剖析技术综合性和精细化学品产品复杂性等特点,本书加强了常用分离、分析技术的主要原理和应用特点的对比论述,以培养学生的辩证思维能力和一定创新意识,为将来从事精细化工产品的生产、新产品剖析与开发研究等奠定基础。

全书共分6章,第1章对精细化学品剖析的含义、作用、研发特点及常用技术、剖析程序与过程等进行阐述;第2章至第5章,按照剖析过程,系统介绍样品分离与纯化、物性常数测试与纯度鉴定、谱图解析与结构推测、合成验证与性能测试等的常用技术及其主要原理、应用特点及选择等内容。第6章则以前述方法和原理为基础,结合几类典型精细化学品的特点,阐述各种分离、分析方法在产品剖析中的运用。各章后附有一定数量的思考题,便于学生学习和复习。

本书由沈阳工业大学贾长英、唐丽华、张晓娟、陈红等教授编著而成。编著的完成得益于国内参考资料,主要参考文献列于书末,编者对书中相关内容的各位列出作者或因篇幅所限、查证困难等原因未能列出的各位作者表示诚挚的谢意!同时,本书的完成和出版得到了陈延明、李福宝、李素君等院领导的

支持和指导，程贵刚、张丹阳、邹明旭、王凤洁、王永杰、程军、朱海峰、吴连印、庄殿铮、杨旭鹏等老师的积极协作，2002 级应用化学专业由奉先、孙钦杰同学以及 2003 级应用化学专业任传佳等同学的帮助，在此一并表示衷心感谢！

全书由沈国良教授主审。

鉴于水平和能力所限，书中不当之处在所难免，敬请各位专家学者和读者朋友不吝指教。

编 者

目 录

第1章 精细化学品剖析概论	(1)
1.1 精细化学品的含义及其门类	(1)
1.1.1 精细化学品的含义及其特点	(1)
1.1.2 精细化学品的门类	(1)
1.2 精细化学品剖析的含义及作用	(1)
1.3 精细化学品的研究方法与常用技术	(3)
1.3.1 精细化学品的研究方法	(3)
1.3.2 精细化学品研究的常用技术	(6)
1.4 剖析技术的发展及特点	(9)
1.4.1 剖析技术的发展	(9)
1.4.2 剖析技术的特点	(10)
1.5 精细化学品剖析的程序与过程	(12)
1.5.1 对样品进行了解和调查	(12)
1.5.2 样品物化性质的初步检验	(13)
1.5.3 编制剖析程序	(20)
1.5.4 剖析样品的预分离	(21)
1.5.5 色谱分离、纯品制备及纯度的鉴定	(21)
1.5.6 化学结构的测定	(22)
1.5.7 配方产品组分含量的测定	(26)
1.5.8 合成、加工、配方和应用性能研究	(26)
1.6 精细化学品剖析的特点	(27)
思考题	(27)
第2章 样品分离与纯化	(29)
2.1 分离方法的分类与选择	(29)
2.1.1 分离的定义和实施条件	(29)
2.1.2 分离方法的分类和选择原则	(29)
2.2 经典分离与纯化技术	(30)
2.2.1 离心与过滤	(30)
2.2.2 结晶与重结晶	(34)
2.2.3 升华	(41)
2.2.4 蒸发与蒸馏	(42)
2.2.5 萃取与浸取	(49)
2.2.6 溶解沉降法	(53)
2.3 色谱分离与样品制备技术	(53)
2.3.1 薄层色谱的分离与样品制备	(54)

2.3.2	柱色谱的分离与样品制备	(63)
2.3.3	色谱分析基础及理论	(68)
2.3.4	气相色谱与顶空进样	(77)
2.3.5	高效液相色谱(HPLC)及其样品制备	(82)
2.3.6	色谱分离方法的选择	(92)
2.4	微量组分的分离与富集技术	(93)
2.4.1	气体样品采样法	(93)
2.4.2	液体样品中微量有机组分的富集与分离	(94)
2.4.3	固体样品中微量组分的富集与分离	(95)
2.5	分离技术的最新进展	(95)
2.5.1	膜分离技术	(95)
2.5.2	超临界流体萃取技术	(96)
2.5.3	超临界流体色谱技术	(97)
2.6	分离方法与分离程序的选择	(97)
2.6.1	样品的体系、组成、性质与分离方法的关系	(98)
2.6.2	分离的目的、要求与分离方法的关系	(98)
2.6.3	样品分离的一般程序与方法	(98)
	思考题	(100)
第3章	样品物性测试与纯度检验	(102)
3.1	常见物性测试项目及其与样品组成和纯度的关系	(102)
3.1.1	熔点及其与纯度的关系	(102)
3.1.2	凝固点及其与纯度的关系	(105)
3.1.3	密度与分子结构的关系	(105)
3.1.4	沸点与样品纯度及分子结构的关系	(106)
3.1.5	折射率与样品纯度及组成的关系	(107)
3.1.6	闪点或燃点与样品组成的关系	(108)
3.1.7	溶解性与样品分子结构的关系	(108)
3.2	测试项目及方法	(114)
3.2.1	熔点的测定	(114)
3.2.2	凝固点的测定	(117)
3.2.3	密度的测定	(117)
3.2.4	沸点的测定	(119)
3.2.5	折射率的测定	(119)
3.2.6	闪点或燃点的测定	(120)
3.2.7	溶解性的测试	(120)
3.3	纯度检验方法及判别依据	(121)
3.3.1	溶度试验法	(121)
3.3.2	熔点、沸点测定	(121)
3.3.3	薄层色谱鉴定	(121)
3.3.4	气相色谱或高效液相色谱测定	(121)

3.3.5 红外光谱鉴定	(121)
思考题	(122)
第4章 谱图解析与结构推测	(123)
4.1 电磁波谱与光谱类型	(124)
4.2 紫外-可见光谱及其在结构推测中的应用	(125)
4.2.1 紫外-可见光谱的基本术语及原理	(125)
4.2.2 紫外-可见光谱与分子结构	(128)
4.2.3 紫外-可见分光光度计	(131)
4.2.4 紫外-可见光谱的谱图解析	(132)
4.3 红外吸收光谱与谱图解析	(137)
4.3.1 红外光谱的基本原理及术语	(137)
4.3.2 红外光谱图与有机分子结构	(141)
4.3.3 红外分光光度计	(150)
4.3.4 红外光谱分析	(150)
4.3.5 红外光谱的谱图解析与应用	(151)
4.4 核磁共振波谱及其在结构推测中的应用	(161)
4.4.1 氢核磁共振波谱(^1H -NMR)的基本原理	(161)
4.4.2 碳核磁共振波谱(^{13}C -NMR)简介	(169)
4.4.3 核磁共振波谱的解析及其在剖析中的应用	(172)
4.4.4 核磁共振波谱的实验技术	(176)
4.5 质谱法基本原理与应用	(177)
4.5.1 质谱原理与特点	(177)
4.5.2 质谱解析方法与示例	(191)
4.6 谱图综合解析	(196)
思考题	(202)
第5章 合成验证与性能测试	(207)
5.1 合成验证	(207)
5.2 性能测试	(211)
思考题	(213)
第6章 典型精细化工产品剖析实例	(214)
6.1 表面活性剂的剖析	(214)
6.1.1 表面活性剂的分离与纯化	(214)
6.1.2 表面活性剂类型的确定	(218)
6.1.3 表面活性剂的元素定性分析	(220)
6.1.4 表面活性剂官能团的化学分析	(223)
6.1.5 表面活性剂的结构分析	(225)
6.2 精细化工配方产品的剖析	(231)
6.2.1 羽绒清洗剂益玛璐-400配方的剖析	(231)
6.2.2 一种玻璃清洗剂的剖析	(235)
6.3 食品添加剂的剖析	(240)

6.3.1 食品乳化剂的剖析 (240)

6.3.2 食用色素的剖析 (242)

6.3.3 食品甜味剂的剖析 (244)

思考题 (244)

参考文献 (245)

第1章 精细化学品剖析概论

1.1 精细化学品的含义及其门类

1.1.1 精细化学品的含义及其特点

精细化学品(fine chemicals)是精细化工产品的简称,是化学工业中用来与通用化工产品或大宗化学品(heavy chemicals)相区分的一个专用术语。前者指一些具有特定应用性能的、合成工艺中步骤繁多、反应复杂、产量小而产值高的产品,例如医药、化学试剂等;后者指一些应用范围广泛,生产中化工技术要求高、产量大的产品,例如石油化工中的合成树脂、合成橡胶及合成纤维三大合成材料等。

到目前为止,对精细化学品的定义还没有一个公认的比较严格的提法;归纳起来,主要是从产品制造角度和技术经济角度来下定义。其中得到较多公认的定义,是指对基本化学工业生产的初级或次级化学品进行深加工而制取的具有特定功能、特定用途、小批量生产的系列产品,称为精细化学品,有时也称为专用化学品。

这些产品具有以下特点:①品种多,更新换代快;②产量小,大多以间歇方式生产;③许多为复配性产品,配方等技术决定产品性能;④具有功能性或最终使用性;⑤产品质量要求高;⑥商品性强,多数以商品名销售;⑦技术密集性高,要求不断进行新产品的技术开发和应用技术的研究,重视技术服务;⑧设备投资较小;⑨附加价值率高等。

由于此类产品门类多、商品性强、生产工艺精细,有些产品的化学反应与工艺步骤复杂(如药物),附加值高,投资少,利润大,对市场适应性强,服务性强,产品更新换代快,技术密集性高等特点,因此需要不断进行新产品研发,而新产品研发离不开剖析技术。

1.1.2 精细化学品的门类

关于精细化学品包括的范围,各国的见解不甚一致,大体可归纳为:医药、农药、合成染料、有机颜料、涂料、香料与香精、化妆品与盥洗卫生品、肥皂与合成洗涤剂、表面活性剂、印刷油墨及其助剂、粘接剂、感光材料、磁性材料、催化剂、试剂、水处理剂与高分子絮凝剂、造纸助剂、皮革助剂、合成材料助剂、纺织印染剂及整理剂、食品添加剂、饲料添加剂、动物用药、油田化学品、石油添加剂及炼制助剂、水泥添加剂、矿物浮选剂、铸造用化学品、金属表面处理剂、合成润滑油与润滑油添加剂、汽车用化学品、芳香除臭剂、工业防菌防霉剂、电子化学品及材料、功能性高分子材料、生物化工制品等40多个行业和门类。

精细化工的发展程度是一个国家综合国力和技术水平的重要标志之一。随着科学技术的发展和进步,精细化工的门类和精细化学品的品种越来越多,应用的领域和范围也越来越广。而精细化工特别是新领域精细化工一直被列为我国化学工业发展的战略重点之一。

1.2 精细化学品剖析的含义及作用

剖析是指运用化学和物理等方法对一个复杂样品(精细化工产品、环境分析样品、天然

物等)进行全面系统的分析鉴定过程。

精细化学品剖析(analysis of fine chemicals)是指通过多种化学或物理分析测试手段的综合运用,对各类精细化学品中未知物质的化学成分进行定性和定量、复配型产品进行配方研究的全面系统的分析工作。

通过剖析,可以为科研及生产中调整配方、新产品研发、改进生产工艺、提高产品的核心竞争力等提供科学依据。剖析技术广泛应用在环境科学、材料科学、生命科学、精细化工及天然物的成分分析,其在国民经济中的重要作用日益显著。

精细化学品的产量虽小,但品种繁多、用途广,几乎渗透到一切领域。可以说,国民经济各部门,现代工业的一切产品,人们的衣食住行,现代国防和高新科技,环境保护、医疗保健等都与精细化学品有关。新型精细化学品的技术开发需要剖析技术,通过产品剖析解决关键技术问题和难题,不仅可直接产生经济效益,而且能提高产品的竞争能力。

1. 剖析工作是开发新产品的侦察兵

要开发一种精细化工新产品,首先必须了解国内外的信息,而剖析工作正是获得这种信息的特殊而有效的工作。例如,许多国内外的精细化工产品性能优异,但价格昂贵,未知其化学结构和配比。通过剖析,就可获得其详细结构和配比,从而为开发自己的产品打下基础。如我国的彩色感光材料工业,在20世纪70年代起步时就是从剖析工作开路,瞄准世界先进水平,获取了大量感光有机物结构的信息。以此为起点,开创了具有中国特色的感光材料工业体系。

2. 剖析工作是产品升级换代的先行兵

在农业生产中,施用农药以防治病、虫、草害是保证农业丰收的必要手段,但化学农药因对人、畜的安全危害和对环境的污染又受到日益严格的管制。而一种农药施用过久,则病菌、害虫和杂草会对其产生抗药性,因此,需要不断开发高效低毒的、能自然降解为无毒物质的新农药。近年来,通过剖析技术,农用杀菌剂、灭虫剂和除草剂推陈出新。增效、缓释长效的新剂型不断推出,功效卓越的植物生长调节剂更新换代,为农业发展提供了条件。

精细化工具有品种多、技术密集度高、竞争剧烈、更新换代快等特点,尤其是品种的多少是衡量一个国家精细化工水平的综合性标志,也是一个企业成败的关键。为了达到多品种的目的,任何一个精细化工企业都应紧紧跟踪市场,对国内外市场上出现的新产品随时进行剖析,找出其内在结构组成的关系和规律,也就是找寻这一领域最先进的科技水平。它山之石,可以攻玉,以剖析结构作参考,从而使本企业产品升级换代。例如,1983年我国进口的尼龙拉链的机械强度、耐磨、耐热、寿命等性能均明显优于国产尼龙拉链。为此,有关部门对进口拉链的材料进行剖析,发现其主要为尼龙-66(锦纶),而国产拉链却是尼龙-6(卡普隆)。通过剖析搞清了两种尼龙拉链的材质差别,为国产拉链提高质量指明了方向。

在轻纺、电子等工业生产中,都要使用精细化学品作为辅助性原材料。如轻纺工业产品须经使用涂料、染料、印刷油墨或电镀助剂的加工过程,才能成为美观耐用的产品。由棉纱或化纤织造纺织品的过程中,许多工序需要使用各种助剂,如柔软剂可使织物手感更柔滑,媒染剂可使颜料易染到织物上,固色剂可使染色牢度大大提高;用不同优质助剂进行染整,才能织出花色品种各异的纺织品。又如,坯皮至少要经过鞣革剂、涂饰剂、加脂剂等皮革化学品的处理,才能制成皮革。聚氯乙烯树脂必须用稳定剂、增塑剂和其他化学品加工,才能制成各种塑料制品。纸浆要用施胶剂、助留剂、增强剂等加工,才能制成不同用途的纸张。这些产品的生产和性能的改进离不开精细化学品以及精细化学品剖析。

3. 剖析工作是开发利用自然资源的前提

我国有丰富的自然资源，其开发和利用对国民经济发展有重大意义。特别是在“回归自然”的潮流下，现今世界上天然产品倍受青睐，对天然资源的综合剖析将是其扩大利用的前提。例如，在江南，满山遍野生长着山苍子树，长期以来其果实未被利用。后来有不少学者对其进行了剖析和研究，从山苍子果实中提取了山苍子油，并对其进行分离鉴定，发现山苍子油中含 70% ~ 80% 柠檬醛，这一化合物是合成紫罗兰酮、维生素 A 等香料、医药及其他日用化工产品的重要原料；同时还发现山苍子核仁油含 40% ~ 50% 的 C_{12} 脂肪酸，其组成与椰子油相似，可以用来合成多种化工产品和表面活性剂，于是就节省了大量昂贵的椰子油。由此可见，山苍子资源的利用是以其化学成分的剖析为基础的。

4. 剖析工作有利于治理“三废”，变废为宝

治理和保护环境是人类当前面临的十分严峻的任务，而“三废”治理离不开剖析工作。以废水处理为例，一般废水中含有多种成分，如重金属、氰化物、氟化物、砷化物、酚类、富氧污染物、多环芳烃等。首先要应用吸附、絮凝、过滤、离子交换、反渗透等分离技术，对废水进行分离和分级处理；然后分析鉴定各污染物的类别；最后还要测定处理后水的纯度和污染物的去除情况等。在这过程中，既处理了废水，又回收了废水中某些有用物质，变废为宝。而这一切正是剖析工作的主要内容。

5. 剖析工作是保证正常生产的关键

各种化工或医药产品的生产过程一般较长，有时需要有十几个步骤，控制各步骤中间体的质量是保证生产正常进行的关键，这就需要对各阶段的中间体进行及时剖析。在生产过程中，分析测试与剖析技术可为我们提供快速的跟踪手段，以保证生产的所有工序都处于正常状态；在新产品研制过程中，要及时掌握产品的质量、中间体的性质、可能产生的副反应和副产品性质等，也都要进行一系列的剖析工作。

综上所述，剖析是精细化学品生产与发展的一项重要手段，对研制新材料、开发新产品、利用新资源、提高和确保产品质量、确定合理工艺、综合利用副产物等均有重要作用。

因此，国内外许多研究和产业部门均有一支强有力的剖析技术队伍，对本行业的最新信息 and 产品进行及时剖析。对于研究精细化工配方工艺的工作者来说，必须懂得剖析这一特殊技术的作用和一般程序。一旦遇到需要剖析的样品，就可自行剖析研究或委托专业单位进行剖析，并对剖析结果作出正确的评价。

科学技术的发展离不开剖析，剖析工作是科学技术进步和发展的“眼睛”，同样也是精细化学品研发、生产、贸易和销售全过程中的“眼睛”。

1.3 精细化学品的研究方法与常用技术

1.3.1 精细化学品的研究方法

精细化学品的技术开发与通用化学品不同。后者是解决现有产品存在的问题，通常谋求以尽可能低的消耗(原料、工时、能源等)，获得高产率和高纯度的工艺。精细化学品的技术开发则是解决用户需求问题，通常是针对用户对产品性能提出的新要求而开发新系列、新一代或新领域且售价用户可以接受的产品。为此，常需采用以下研究方法。

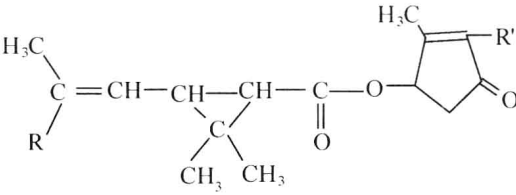
1. 合成和筛选具有特定功能的目标化合物

要合成和筛选具有特定功能的目标化合物，在着手研究之初，首先应进行用户及市场调

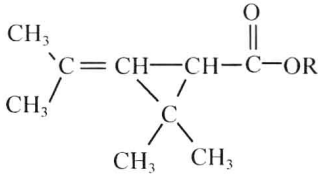
查，切实了解产品的技术要求和产品在实际应用过程中所经受的物理和化学变化；并且在掌握了该类化学品的基本知识和阅读了有关专著和综述性文章的基础上进行文献查阅，然后运用化学理论设计并合成一系列目标化合物，再通过性能或有关性质的检测从中筛选出相对理想的目标化合物。实际生产实践与新产品开发中往往不能在一轮筛选中达到理想的目的，这时还需要跟踪已发现的构效规律作较深入的研究，最后筛选出目标产物。

当产品功能的作用机制和干扰因素不太复杂时，按上述步骤常可较快地筛选出性能较佳的产品。例如，使用邻苯二甲酸二辛酯类增塑剂时，其挥发性较高，耐抽出性和迁移性不够理想。按化学理论，这些“耐久性能”是随着增塑剂的相对分子质量增加而改善的，但相对分子质量过高又可能影响塑料的加工性能。所以，研究人员合成了己二酸与二元醇的系列缩聚物。根据应用效果的比较，从中筛选出两个耐久性能极佳的产品，分别是相对分子质量为1000~8000的聚己二酸-1,2-丙二酯和聚己二酸-1,3-丁二酯。它们更适用于作高温电缆绝缘层和室内装修材料的聚氯乙烯增塑剂(前者成本较低，而后者耐寒性较好)。

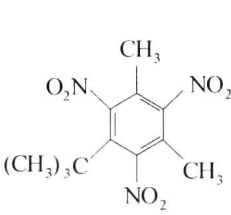
某些生物化学功能的精细化学品，有关作用机制的资料往往比较缺乏，开发这类化学品的初期，常模拟已知功能的天然产物的结构，合成一系列类似物并测试比较其功能，从中筛选出功效满意而经济效益高的产物，或取得有关构效关系的信息以进行深入研究，逐步逼近目标。例如，20世纪20年代确定了具有高效杀虫力的除虫菊花中有两种主要活性成分——除虫菊素Ⅰ和除虫菊素Ⅱ的化学结构后，合成了多种结构类似物，并从中筛选出许多比除虫菊素Ⅰ和除虫菊素Ⅱ更加高效低毒，而合成成本较低、物化性能更优、杀虫谱广的拟除虫菊酯，为植物保护和家居卫生提供了一大类优于其他农药的杀虫剂。用类似的研究方法，人们在研究麝香酮和灵猫酮结构类似物的香气的基础上，开发出多种类麝香型香料，分别作为高、中档化妆品用香精调香时使用。



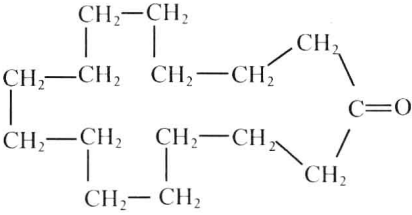
天然除虫菊酯(在除虫菊花中含量一般为0.5%~3%)



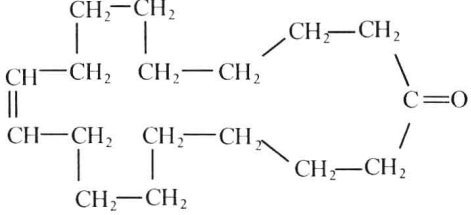
合成的除虫菊酯



二甲苯麝香



环十五酮(麝香)



9-环十七烯酮(灵猫香)

2. 配方研究

单一化合物不能兼备用户所需的各种性能，许多精细化学品是以多种成分复配制成的。

配方的研究必须设计目明确。例如为了发挥主要活性成分的功能，同时赋予产品其他功能或抑制其不良性能，为了调节产品的性状和物理性质以方便使用，为了增加产品的储存

稳定性等目的而选用适当的配方原料。但是即使选料正确，各原料的用量配比和配制工艺条件都会对产品性能有很大影响。某种原料的用量不当，还将对产品性能产生不良的作用。因此，配方研究需做大量的工作，研究时应尽量参考前人从配方中积累的经验 and 文献上有关的基础性研究成果。进行改进性配方研究时，在现有产品成熟配方的基础上，集中研究要解决的关键问题，常可获得满意的结果。

配方设计的主要依据：产品的基本功能，产品的经济性、安全性、地域性和原料易得性。

配方研究的基本过程：配方设计→配方的实验室研究与优化设计→模拟试验→现场应用试验→产品质量标准的制定→产品的鉴定等。

配方设计的主要内容包括：产品性能指标(含剂型)设计和配方原理及结构设计。

配方实验室研究的主要内容有：主成分及辅助物质的筛选；组分配比的确定；配方工艺的确定；原材料质量规格的确定等。

3. 产品性能的检验

有机合成研究工作中，产品是否达到要求是以结构分析和纯度测量结果来衡量的。精细化学品的研究，其结果则以产品的性能，即它的应用效果来衡量。精细化学品中允许存在的杂质含量也是以它对产品性能的影响大小而定的。

因此，研制新型精细化学品时，化学分析结果不能作为筛选产物的依据，最终产物的优劣，要从它的应用效果来评定。对于仿制的精细化学品来说，研制阶段可以根据化学分析数据来评估阶段性结果，但最终仍要进行应用性能的全面测试，并与其他厂家的样品测试数据及其技术指标相比较。

性能检测通常要使用专用设备，按标准的操作程序进行，因此，剖析工作者从事精细化学品的新产品研制时，必须有应用部门或相关研究单位的协作。

4. 应用技术研究

精细化学品要以适当的技术操作应用在合适的对象上，才能充分发挥它的功能，否则毫无效果。例如，胶黏剂的胶接强度与被粘材料的种类、表面处理情况、胶层厚度、固化湿度和时间、环境湿度、施工压力等因素有关，在最佳操作条件下才能得到满意的胶接强度。因此，开发精细化工新产品应结合应用技术研究，才能最终将产品变成商品。

5. 工艺流程的设计与优化

研制的产品具备满意的性能以后，还要使其成本和售价达到生产厂家和用户可以接受的程度。因此要对合成路线、工艺条件、操作方式等进行优化研究。工艺流程的合成与优化是新产品开发的重要内容，随着开发研究的深入而逐步完善。

(1) 工艺流程的内容

以化学反应为核心，连接反应前后对物料的处理，形成由原料到产品的生产工艺程序，即为工艺流程。对于不同的产品，由于化学反应和物料在反应前、后的处理方法和要求不同，而会有不同的工艺流程；即使同一种产品，由于生产原料、生产厂家等环境条件的差异，也会有不同的工艺流程。尽管生产各种产品的工艺流程繁简程度和组合方式各不相同，但以化学反应为核心，配合反应前、后对物料的处理及有用物料的循环这一基本结构不变。工艺流程的内容包括工艺流程图和流程说明书。

流程说明书的内容包括工艺原理和工艺步骤的说明、生产物料的规格和要求、工艺条件和控制的技术要求以及生产规模、产品规格和生产指标等。

(2) 工艺流程的设计与优化

设计工艺流程是一项复杂的技术工作，需要从技术、经济、社会、安全和环保等许多方面综合考虑，其中需特别注意的有：技术的成熟程度，技术的先进性和可靠性的关系，流程的可操作性，投资和操作费用，安全、环境和生态等因素。

选择合适的合成路线是流程设计中首先需要考虑的问题，其中需要考虑的因素有：①生产成本；②产品和副产品经济价值的分配；③反应的自由能($\Delta G < 0$ 的反应较易进行，此时的反应路线可以考虑选择； $\Delta G < 40\text{kJ/mol}$ 时， ΔG 处于较小的正值，此时的反应路线还值得考虑； $\Delta G > 40\text{kJ/mol}$ 时， ΔG 处于较大的正值，反应较难进行，此时的反应路线只有在特殊情况下才作考虑)。

操作方式的选择在流程设计与优化中也很重要，操作方式通常有连续操作和间歇操作。通常：①生产规模小(生产能力小于 4500t/a)的装置；②市场需求具有较强季节性的产品(如时令医药和农药)；③受特殊条件(反应速率极慢、反应物料中有泥浆状物质、生产过程中易产生结垢或结块而需要频繁清扫等)限制的情况适宜采用间歇操作。

此外还需考虑的因素有：原料预处理的判断，产物流股数的确定，反应器的选型等。

1.3.2 精细化学品研究的常用技术

精细化工产品的特点是品种多、技术密集，对产品合成过程、终点的控制以及产品的质量都要求严格。化学分析法是产品合成过程、终点的控制以及产品的质量监控的常用手段，色谱法及波谱分析技术是精细化工中用于分离、定量分析和结构鉴定的重要手段。

1. 化学分析法

虽然现代仪器分析在研究和生产中已占有主导地位，但是一些经典的化学分析和分离技术在精细化工领域分析测试中的作用不应被否定。

过滤、蒸馏、萃取、重结晶等经典分离方法仍是制备及提纯试样的最简单、实用的常用手段；经典的以化学反应为基础的点滴分析对某些化合物的定性鉴定，至今仍是一种快速、准确的定性方法。如用高锰酸钾退色检验不饱和键、用 2,4-二硝基苯肼检验化合物中是否存在羰基、用重氮盐在碱性介质中偶合生成有色物质鉴定是否为酚类化合物等。化学反应点滴分析有较高灵敏度，且不一定要用纯物质，以埃利希试剂检验芳胺为例，检出限为微克(μg)级。

在仪器分析中有时还需与化学反应相配合(如化学衍生化等方法)才能获得更为可靠的信息，仪器分析中常用的标准样常用化学方法进行标定。同时，化学分析法也在不断改进，如新的显色剂、掩蔽剂、络合试剂等的不断出现，促进了化学分析法的发展。

有些化合物不能直接用化学分析或仪器分析方法测定时，可将其在一定条件下降解或热裂解成小分子化合物，再进行分离鉴定，如多糖类的酶降解及偶氮基的还原裂解等。另一些化合物，如硝基化合物不易定性检出，可将其还原成氨基后检出；含羧基的化合物经衍生化之后生成稳定性好、易挥发的物质，可用气相色谱分析；无机离子用有机试剂络合后进行比色测定。总之，化学分析法在精细化学品剖析中仍具有不可替代的作用。

2. 色谱分析法(Chromatography)

色谱法是多组分混合物的分离、定量分析和化合物结构同一性鉴定的有效方法。

气相色谱(GC: Gas Chromotography)和高效液相色谱(HPLC: High Performance Liquid Chromatography)在定量分析方面的精确性比较突出，其准确度为 2%；通过与标准样品的保留值进行比较的方法，可进行定性分析，但可靠性不大，对于未知结构的化合物，不可能提

供详细的结构信息。

气相色谱主要适用于热稳定性好、易挥发的中小相对分子质量的化合物($M \leq 400$)的定量分析；而高效液相色谱几乎适用于所有有机化合物的分析。

薄层色谱(TLC: Thin Layer Chromatography)的优点是设备和操作比较简单、展开速度快、应用和分析对象广，无论是无机、有机、药物或生物大分子都可以用薄层色谱进行分离鉴定，但该法的定量误差较大，一般为5%~10%。从化合物的性质来看，无论是非极性、极性或离子化合物等各种类型物质的分离、精制、鉴定和半定量分析用薄层色谱都非常有效，薄层色谱在精细化学品的开发研究和生产过程中的质量控制中应用广泛。

纸色谱(PC: Paper Chromatography)虽然展开时间较长，但用于强极性化合物和离子化合物(如含磺酸基团的水溶性物质)的分离和定性鉴定方面非常有效。

在分离和制备纯样方面，柱色谱(CC: Column Chromatography)有其突出的优点。它比经典分离方法(如蒸馏及萃取等)的分离效率高，而与高效液相色谱相比，则不需要昂贵的分析仪器。柱色谱的流动相和吸附剂固定相的更换方便，可根据被分离对象的性质进行选择，也可以通过改变柱的长度、直径和吸附剂颗粒的大小来改进柱效，柱色谱的分离量可以是微克(μg)至克(g)级。

3. 波谱分析法(Spectrum Analysis)

紫外-可见光谱(UV-vis: Ultraviolet-visible Spectroscopy)、红外光谱(IR: Infrared)、核磁共振谱(NMR: Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy)和质谱(MS: Mass Spectrometry)四种波谱分析技术，是精细化学品剖析中定量分析和结构鉴定的重要手段，对于解析有机化合物的结构非常有效。结构不同的有机化合物各有其特征的波谱图，构成谱图的基本要素是谱峰的位置、强度和形状。不同波谱方法所提供的结构信息种类互不相同，所以要根据分析的要求和样品的特点有效采用。波谱图中横坐标指示峰位置，可用于物质的定性，纵坐标指示峰的强度，可用作物质的定量指标。

(1) 紫外-可见光谱(UV-vis)

紫外-可见光谱主要适用于含共轭双键的分子，尤其是芳环、稠环和杂环化合物的分析。紫外-可见光谱图所提供的信息量较少，图中的峰很宽且数目少，不可能对分子结构给予准确的表征。该法的突出特点是灵敏度高，常作为定量分析的工具，对大多数芳烃化合物的检出极限可达 $\text{ng} \sim \text{pg}$ ($10^{-9} \sim 10^{-12} \text{g}$)，也是高效液相色谱中最常用的检测方法。一般情况下，用紫外-可见光谱作定量分析的样品应该是纯样，有混合组分共存时，由于吸收的加合性可能导致错误的结论。定量分析的常用方法有标准曲线法(工作曲线法： $A-C$ 关系曲线)和标准对照法(该法需要纯度较高的标准样品)，它们适合于样品溶液中单组分的定量测定；多组分的同时测定方法有双波长分光光度法和导数分光光度法。

紫外光谱定性鉴定的主要依据是 λ_{max} 和相应的 ϵ_{max} 以及吸收曲线的形状、吸收峰的数目。不同结构的化合物具有不同的吸收特性，相同结构的化合物，紫外吸收光谱应完全相同；但是，具有相同吸收曲线，并不一定是结构相同的化合物。因此，为鉴定某一化合物的结构，紫外吸收光谱还应与化学分析法、红外、质谱、核磁等方法配合使用。

紫外光谱在化合物定性鉴定方面的应用主要有以下几个方面。

- ①把样品谱图与被推测物质的标准光谱图进行比较，判断是否为同一化合物。
- ②确定混合物中某一特定的组分是否存在或鉴定一个纯样品中是否含有其他杂质。
- ③推断化合物的骨架结构；

④判断顺反异构体、互变异构体。

紫外光谱进行化合物结构定性的缺陷是不能鉴定饱和物质及结构相似的化合物。

(2) 红外光谱(IR)

红外光谱图有较多的吸收峰,可以提供分子中含有的官能团和结构类型等信息。红外光谱适用范围广,无论气体、液体、固体或悬浮体都可进行分析,少量氯化钠等无机盐的存在也不会影响给出的结构信息。与此同时,红外光谱已积累有十余万张标准谱图供解析谱图中参看使用。在鉴定未知结构化合物或要确定化合物中是否含有某特定基团时,都可以对试样先做一张红外光谱图以获取必要的信息。对于已知结构的化合物可以采用与标准样品或标准谱图对比的方法予以肯定。

红外光谱图提供的结构信息虽然比较丰富,但对谱图中各峰的归属尚难以全部解释清楚。对于含量较少的组分(基团)检出不敏感。如用红外光谱法检测相对分子质量约1000的化合物中是否存在有一个甲基,就可能没有信息出现。所以单纯依靠一张红外光谱图来确定化合物的结构是比较困难的。

(3) 核磁共振谱(NMR)

核磁共振谱是记录磁矩不等于零的原子核在外加磁场中吸收外界微波辐射能量后,从基态跃迁到高能态的共振现象的谱图,其中核磁共振氢谱研究得多,应用广,并有标准谱图可供参考,在未知有机化合物结构鉴定时还需要核磁共振碳谱。

在各类波谱分析方法中,核磁共振谱提供的信息量最为严格和准确,如分子中烷基基团的类别、异构体的区分等都可以找到对应的吸收峰,进行归属和解释。对于结构比较简单、相对分子质量不大的化合物,根据核磁共振谱的信息,并结合其他波谱的信息,基本可以推测出化合物的结构,必要时可采用与已知标准样进行对比的方法进行确定。

核磁共振谱的不足之处是样品必须溶解在价格昂贵的氘代试剂中,并需要有足够的浓度才能进行测试,即相对于其他波谱方法,核磁共振谱的灵敏度较低,一般为微克(μg)级。此外,核磁共振仪器本身的价格以及日常的运转费用都比较高。

(4) 有机质谱(MS)

质谱图是记录分子在外界因素作用下电离生成离子,再在电场或磁场中运动,按不同质量和所带电荷比而互相分离的谱图。质谱分析最大特点是灵敏度高、快速,最低检出极限可达 10^{-12}g ,质谱图可以提供化合物的相对分子质量。尽管根据裂解碎片可推测化合物某些结构,但对于异构体识别、分子空间构型和判别基团连接方式等困难。此外,质谱使用前要根据被分离样品挥发程度的难易、热稳定性等因素选择不同电离技术,才能得到可靠满意的结果。

4. 联用技术

色谱法是一种很好的分离技术,可以将复杂的多组分混合物分离成单一的纯组分,但其定性能力较差;四大波谱方法尽管是良好的定性方法,但适用于纯样。将色谱仪和光波谱仪联用,则可同时解决复杂混合物的分离和结构的定性。其联用的关键是特殊的接口。

(1) 气相色谱-质谱联用

气相色谱-质谱联用仪器已实现商品化,应用较多。对于分离后各个已知组分的定性可以提供可靠的信息,对于未知组分可以提供相对分子质量信息。

(2) 液相色谱-质谱联用

由于液相色谱的流动相是液体,直接进入质谱将会破坏质谱系统的真空,因此液相色谱