

化妆品功能性评价和分析方法

毛培坤 主编

毛培坤 张宝旭 编

中国轻工业出版社

前 言

化妆品与人们的日常生活关系密切,在现代社会里不使用化妆品是不可想象的。任何一种质地优良的化妆品应满足四大要求:出色的安全性、稳定性、使用性和功能性。制造商在化妆品研究、制造和销售过程中应该综合考虑以上要求,最大限度地提高产品质量,提高商品信誉,取得消费者的信赖。这也是本书的主题。

在高品质的化妆品生产中应该高度重视原材料检验、成品检验和卫生检验。国家技术监督局已经公布了部分化妆品原料和成品的质量标准和检验方法,以及少数有害物的检验方法。编者相信这方面的法规将日臻完善。结合现代先进仪器的化妆品系统分析,目前很难觅到合适的中文版,编者深感这方面资料缺乏而给研究工作带来不便,尝试将发达国家的研究成果系统地介绍给读者。近年来,以化妆品的抗皱、增白、育发为代表的功能性化妆品迎合了消费者的心意,受到了消费者的欢迎。但是我国的化妆品科学的基础研究比较薄弱,对化妆品的功能性评价缺乏必要的知识和手段。本着向国外同行学习的态度,编者根据国情并结合自身的工作体会,选择发达国家的一些研究成果介绍给读者,希望能起到抛砖引玉的作用,使对发展我国化妆品工业有所裨益。

本书共分五章,第一章为化妆品原材料检验法,介绍有机元素定量分析,有机官能团定量分析,纯度检验法,物理常数测定,表面活性剂定量分析,液化气和香料分析等。第二章为化妆品质量检验法,介绍化学分析法,物理常数检验法,稳定性试验法,功能性试验法。第三章为化妆品卫生检验法,介绍酸碱度检验法,有害元素检验法,有害有机物检验法,功能助剂检验法,微生物检验法。第四章为化妆品系统分析法,介绍膏霜和乳液、化妆水和美容液、香波、护发素、粉底-白粉-胭脂、口红-唇膏、指甲油、眼线膏、芳香制品、皮肤增白化妆品、沐浴剂、长效卷发剂、氧化染发剂、头发定型剂、育发剂、体臭防止剂-抑汗剂、晒黑-防晒化妆品、剃须化妆品、香粉类、洗面泡沫-身用清净剂、肥皂、牙膏、含漱剂、家庭用洗涤剂、气溶胶制品的系统分析。第五章为化妆品功能性评价方法,介绍化妆品皮肤保湿效果、防紫外线效果、皮肤增白效果、抑制黑色素产生效果、护发-育发效果、防头屑效果、化学烫发剂的卷发效果、头发损伤、祛臭效果、皮肤角质层再生速度、皮肤粘弹性、皮肤皱纹、皮肤脂质、皮肤温度和皮肤血流、皮肤色和化妆色、头发水分、头发力学性质、头发摩擦因数、口臭的测定方法。

本书中凡成分、含量、浓度等以%表示的,一般均指质量分数。限于篇幅,参考文献不能一一列出。读者欲与编者探讨有关问题,或研制新产品,或咨询原材料,或需转让新技术,均欢迎与编者取得联系。

本书由本人与北京医科大学公共卫生学院张宝旭博士(邮编:100083)合作编写,王耀东同志参加了部分内容的编写工作。在本书编写过程中,热情的国外同行提供了许多最新资料;同时还得到了编者工作单位的领导和同事给予的热情支持和帮助,在此表示衷

心的感谢。

本书编写过程中参考了大量国内外论著,在此向论著的作者表示真诚的谢意。限于编者的业务水平,编写时间紧迫,错误和缺点在所难免,敬请读者批评指正。

毛培坤

无锡轻工大学化工系 教授

地址: 无锡市惠河路170号

邮编: 214036 电话: (0510) 5805990-202

(0510) 5865424

(0510) 5867009(宅)

目 录

第一章 化妆品原料检验法	(1)
一、有机元素定量分析	(1)
(一) 氧瓶燃烧法	(1)
1. 氯或溴的测定(氧瓶燃烧法)	(2)
2. 碘的测定(氧瓶燃烧法)	(3)
3. 氟的测定(氧瓶燃烧法)	(3)
4. 硫的测定(氧瓶燃烧法)	(4)
方法一: 硫酸溶液滴定法	
方法二: 高氯酸钡溶液滴定法	
5. 磷的测定(氧瓶燃烧法)	(6)
6. 硼的测定(氧瓶燃烧法)	(6)
7. 砷的测定(氧瓶燃烧法)	(7)
(二) 克达尔定氮法	(8)
1. 氮的测定(克达尔法)	(8)
方法一: 硼酸吸收法	
方法二: 盐酸吸收法	
二、有机官能团定量分析	(10)
1. 酸值测定	(11)
方法一: 氢氧化钾水溶液法	
方法二: 氢氧化钾乙醇溶液法	
2. 皂化值测定	(12)
3. 酯值测定	(13)
方法一: 皂化值—酸值法	
方法二: 直接皂化法	
4. 羟值测定	(13)
方法一: 高氯酸乙酰化法	
方法二: 对甲苯磺酸乙酰化法	
5. 碘值测定	(15)
方法一: 韦氏法	
方法二: 徐柏法	
三、纯度检验法	(18)

1. 重金属试验法	(18)
2. 铅试验法	(19)
3. 砷试验法	(20)
4. 铁试验法	(21)
5. 氯化物试验法	(21)
6. 硫酸盐试验法	(22)
7. 甲醇和丙酮试验法	(22)
8. 氨试验法	(23)
方法一: 硼酸吸收法	
方法二: 盐酸吸收法	
9. 氟试验法	(25)
四、物理常数测定	(26)
1. 熔点测定	(26)
方法一: 毛细管法	
方法二: 显微熔点测定法	
2. 凝固点测定	(29)
3. 沸点和沸程测定	(30)
沸点测定 沸程测定	
4. 相对密度测定	(32)
方法一: 密度瓶法	
方法二: 韦氏密度天平法	
方法三: 密度计法	
5. 折射率测定	(34)
6. 粘度测定	(35)
方法一: 毛细管粘度计法	
方法二: 旋转式粘度计法	
7. 软化点测定	(37)
8. 比体积测定	(38)
9. 旋光度测定	(38)
五、表面活性剂定量分析	(40)
1. 阴离子表面活性剂	(40)
方法一: 混合指示剂两相滴定法	
方法二: 亚甲蓝指示剂两相滴定法	
方法三: 溴甲酚绿指示剂两相滴定法	
方法四: 对甲苯胺法	
2. 阳离子表面活性剂	(48)
方法一: 溴甲酚绿指示剂两相逆滴定法	

方法二: 四苯硼钠法	
3. 非离子表面活性剂	(50)
方法一: 硫氰酸钴比色法	
方法二: 磷钼酸比色法	
4. 两性表面活性剂	(52)
方法一: 磷钨酸滴定法	
方法二: 高氯酸滴定法	
六、液化气和香料试验法	(56)
(一) 液化气试验法	(56)
1. 相对密度测定	(56)
2. 确认试验	(57)
方法一: 卤化物喷灯法	
方法二: 沸点测定法	
3. 酸量测定	(58)
方法一: 萃取法	
方法二: 吸收法	
4. 蒸发残留物试验	(59)
方法一: 室温蒸发法	
方法二: 水浴蒸发法	
5. 水分定量	(59)
6. 定量方法	(60)
方法一: 低级烷烃的气相色谱分析	
方法二: 卤代烃的气相色谱分析	
(二) 香料试验法	(62)
1. 醛类和酮类含量测定	(62)
方法一: 亚硫酸氢钠法	
方法二: 亚硫酸钠法	
方法三: 盐酸羟胺法	
方法四: 羟胺法	
2. 醇类含量和总醇含量测定	(64)
方法一: 乙酰化-皂化法	
方法二: 直接测定酯值法	
3. 酚类含量测定	(66)
七、其他物性检验法	(67)
1. 水可溶物检验法	(67)
2. 酸可溶物检验法	(67)
3. 酸不溶物检验法	(68)
4. 干燥减量检验法	(68)

5. 灼烧减量检验法	(69)
6. 灼烧残留物检验法	(69)
7. 蒸发残留物检验法	(70)
8. 不皂化物检验法	(70)
9. 水分检验法	(71)
方法一: 共沸蒸馏法	
方法二: 卡尔·费休法	
第二章 化妆品质量检验法	(75)
一、化学分析法	(75)
1. 有效物测定	(75)
总固体含量测定 无机盐(乙醇不溶物)含量测定	
氯化物含量测定 有效物含量测定	
2. 洗发膏活性物含量测定	(77)
3. 总固体含量测定	(77)
4. 游离氨含量测定	(77)
5. 巯基乙酸铵含量测定	(78)
6. 双氧水含量测定	(78)
7. 氧化剂含量测定	(79)
二、物理常数检验法	(80)
1. 粘度测定	(80)
方法一: 旋转粘度计法	
方法二: 涂-4粘度计法	
2. 密度测定	(80)
3. 浊度测定	(81)
4. 细度测定	(81)
三、稳定性试验法	(82)
1. 耐热试验	(82)
2. 耐寒试验	(83)
3. 离心试验	(85)
4. 色泽稳定性试验	(85)
方法一: 紫外线照射法	
方法二: 干燥箱加热法	
5. 泄漏试验	(86)
6. 内压力试验	(86)
四、功能试验法	(86)
1. 染色能力试验	(86)
2. 喷出率试验	(87)
3. 残留物试验	(87)

4. 起喷次数试验·····	(87)
5. 干燥度试验·····	(87)
6. 牢固度试验·····	(88)
方法一: 化妆粉饼牢固度试验	
方法二: 指甲油牢固度试验	
7. 涂擦性能试验·····	(88)
8. 均匀度试验·····	(88)
9. 泡沫试验·····	(88)
第三章 化妆品卫生检验法 ·····	(90)
一、酸碱度检验法·····	(90)
1. pH值测定·····	(90)
2. 酸、碱测定·····	(92)
二、有害元素检验法·····	(93)
1. 汞检验法·····	(93)
2. 铅检验法·····	(95)
方法一: 火焰原子吸收分光光度法	
方法二: 双硫脲萃取分光光度法	
3. 砷检验法·····	(99)
方法一: 二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法	
方法二: 砷斑法	
三、有害有机物检验法·····	(102)
1. 甲醇检验法·····	(102)
2. 香柠檬烯检验法·····	(104)
方法一: 薄层色谱定性	
方法二: 气相色谱定性和定量	
3. 苯并[α]芘检验法·····	(107)
四、功能助剂检验法·····	(109)
1. 防腐剂检验法·····	(109)
2. 卤代酚系杀菌剂检验法·····	(112)
方法一: 薄层色谱定性	
方法二: 气相色谱定性和定量	
3. 异丙基甲酚检验法·····	(117)
4. 3,4,4'-三氯二苯脲检验法·····	(119)
5. 甲醛检验法·····	(123)
方法一: 薄层色谱定性	
方法二: 乙酰丙酮定量	
6. 硼酸检验法·····	(126)
方法一: 姜黄试纸定性	

方法二: 姜黄素定量

7. 2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮检验法	(127)
8. 肉桂醚酯检验法	(129)
9. 氧化染发剂检验法	(131)
10. 醋酸dl- α -生育酚检验法	(133)
11. 巯基乙酸及其钙盐检验法	(135)
12. 氟化物检验法	(136)
13. 喷雾用气的测定	(139)
14. 吡啶硫酮锌检验法	(140)
15. 对羟基苯磺酸锌检验法	(142)
16. 卵胞激素检验法	(143)
17. 硬脂基甘草亭酸酯检验法	(146)
18. 有机着色剂检验法	(148)

方法一: 多种焦油色素配制品的定性试验

方法二: 含油状成分制品的定性试验

方法三: 含蜡类固状或半固状制品的定性试验

五、微生物检验法	(175)
1. 微生物检验总则	(175)
2. 细菌总数测定	(177)
3. 粪大肠菌群检验法	(178)
4. 绿脓杆菌检验法	(180)
5. 金黄色葡萄球菌检验法	(182)

第四章 化妆品系统分析法 (184)

一、膏霜和乳液分析 (184)

1. 常规分析 (184)

净重 产品的感观评定 乳化体的类型 乳化体的pH

600℃时的灰分 灰分的检定

2. 系统分析 (185)

不挥发成分 分离方法 仪器分析

二、化妆水和美容液分析 (194)

1. 常规分析 (194)

pH值测定 干燥减量测定 灼烧残留物测定

2. 系统分析 (195)

挥发成分 不挥发成分

三、香波分析 (197)

1. 常规分析 (198)

净重 香波的外观 香波的pH 600℃时的灰分 灰分的检验 不

挥发物的红外检验 碱性含氮化合物的检验 水分 羊毛脂和甾醇

2. 系统分析	(199)
阴离子表面活性剂 两性表面活性剂 调理剂 其他成分	
四、护发素分析	(202)
1. 阳离子表面活性剂分析	(202)
定性分析 定量分析	
2. 油剂分析	(203)
3. 溶剂分析	(203)
4. 保湿剂分析	(203)
五、粉底-白粉-胭脂分析	(205)
1. 常规分析	(205)
显微镜观察 pH测定 阴离子系/阳离子系活性剂、POE链的确认试验	
水分测定 干燥减量测定(粉体型除外) 强热残留物测定	
2. 系统分析	(207)
3. 醇/多元醇分析	(207)
4. 挥发性溶剂成分分析	(207)
5. 油剂类分析	(209)
6. 粉体类分析	(209)
7. 分析实例	(209)
六、口红-唇膏分析	(210)
1. 基剂分析	(211)
挥发成分的定性-定量 油性原料等分离 有机溶剂可溶物的定性	
柱层析分离及其定性-定量 水可溶物的定性 水不溶物的定性	
2. 添加剂分析	(214)
防腐剂-抗氧化剂 樟脑-薄荷醇-生育酚-醋酸dl- α -生育酚	
紫外线吸收剂	
七、指甲油分析	(216)
1. 常规分析	(217)
净重 指甲油的外观 指甲油的红外光谱 105℃不挥发物	
2. 指甲油组分分析	(217)
溶剂-樟脑 增塑剂 硝酸纤维素 树脂类 颜料-珠光剂	
八、眼线膏分析	(224)
1. 水系皮膜型眼线膏分析	(224)
试样溶液制备 挥发成分 不挥发成分 皮膜型眼线膏分析例	
2. 笔型眼线膏分析	(225)
分离操作 油分分析 颜料分析 着色料分析	
九、芳香制品分析	(227)
1. 香精成分分析	(227)
液状制品 固体制品 喷雾型制品	

2. 乙醇分析·····	(228)
3. 水分分析·····	(229)
4. 喷射剂分析·····	(229)
5. 油、蜡类分析·····	(230)
6. 表面活性剂分析·····	(230)
7. 稳定剂分析·····	(231)
十、皮肤增白化妆品分析·····	(231)
1. 系统分析·····	(231)
2. 药效成分分析·····	(231)
磷酸-L-抗坏血酸镁(MGAP) 曲酸 熊果苷 感光素401号	
十一、沐浴剂分析·····	(237)
1. 无机盐类分析·····	(237)
化学分析法 仪器分析法	
2. 中药分析·····	(240)
3. 蛋白质分解酶分析·····	(241)
定性反应 酶活性测定	
十二、长效卷发剂分析·····	(242)
1. 第1剂分析·····	(243)
还原剂 碱剂 离子性表面活性剂的确认 其他成分	
2. 第2剂分析·····	(246)
氧化剂 离子性的确认 其他成分	
十三、氧化染发剂分析·····	(247)
1. TLC分析法·····	(247)
氧化染料和偶合剂等标准溶液的制备 试样溶液的制备 薄层板、	
展开剂和显色试剂 试验操作 展开剂的选择	
2. GC分析法·····	(248)
3. HPLC分析法·····	(250)
十四、头发定型剂分析·····	(252)
1. 系统分析法·····	(252)
pH、密度 溶剂 肽类 不挥发物 分子蒸馏法分离分析	
2. 头发定型剂产品分析·····	(253)
泡状定型剂、液状定型剂 胶状定型剂	
十五、育发剂分析·····	(261)
1. 血液循环促进剂分析·····	(261)
维生素E及其衍生物 烟酸苄酯 当归萃取物	
2. 毛母细胞赋活剂-皮脂腺抑制剂分析·····	(263)
泛酸衍生物 维生素H 盐酸维生素B ₆ β -甘草亭酸	
3. 杀菌剂-抗炎剂分析·····	(265)

水杨酸 日扁柏醇 甘草酸衍生物 异丙基甲基酚	
4. 其他成分分析	(267)
乙炔雌(甾)二醇 透明质酸	
十六、体臭防止剂—抑汗剂分析	(268)
1. 成分种类	(268)
抑汗剂(收敛剂) 杀菌剂 其他	
2. 制品分析	(269)
喷雾制品 碾压型制品	
十七、晒黑—防晒化妆品分析	(274)
1. 原料种类	(275)
晒黑原料 防晒原料	
2. 紫外线吸收剂分析	(277)
UV吸光光度法 TLC法 HPLC法 GC法	
3. 制品中紫外线吸收剂分析	(281)
十八、剃须用化妆品分析	(284)
1. 剃须用化妆品的组成	(284)
剃须膏和剃须泡沫 剃须前化妆水(粉)	
2. 分析方法	(285)
剃须膏和剃须泡沫 剃须前化妆水(粉) 溶剂	
十九、香粉类分析	(290)
1. 婴用香分的成分及其功能	(290)
2. 一般分析试验	(291)
水分 水可溶物 氢离子浓度 表观密度、比体积 粒度	
3. 组成分析	(292)
水分 多元醇 油剂 有效成分 防腐剂 无机颜料 金属皂	
4. 关于石棉	(296)
二十、洗面泡沫和身用洗净剂分析	(297)
1. 常规分析	(297)
pH 粘度和稠度 发泡(起泡力) 外观	
2. 定性试验	(297)
表面活性剂 多元醇	
3. 定量分析	(298)
表面活性剂 多元醇 有效成分 防腐剂 蛋白质	
二十一、肥皂分析	(302)
1. 水分分析	(302)
2. 石油醚可溶物分析	(302)
3. 肥皂分析	(302)
4. 游离碱分析	(303)

5. 氯化物分析·····	(303)
滴定法 电位滴定法	
6. 甘油分析·····	(304)
7. EDTA分析·····	(304)
8. 其他分析·····	(304)
脂肪酸 反离子(Na、K)的光焰光度分析 二氧化钛 蔗糖	
二十二、牙膏分析·····	(306)
1. 系统分析·····	(307)
2. 粉体(摩擦剂)分析·····	(308)
粉体量 粉体(摩擦剂)的定性—定量 酸不溶物	
3. 保湿剂分析·····	(308)
4. 发泡剂分析·····	(309)
5. 粘合剂分析·····	(310)
6. 甜味剂和保存剂分析·····	(310)
7. 水分分析·····	(311)
干燥减量法 GC法	
8. 药效成分分析·····	(312)
9. 香料分析·····	(313)
二十三、含漱剂分析·····	(313)
1. 保湿剂分析(HPLC法)·····	(313)
2. 增溶剂分析·····	(314)
表面活性剂的离子定性 非离子表面活性剂的定性—定量	
阴离子表面活性剂定性—定量(亚甲基蓝两相滴定法)	
3. 甜味剂和保存剂分析(HPLC法)·····	(316)
4. 乙醇分析(GC法)·····	(317)
5. 水分分析(GC法)·····	(318)
6. pH调整剂分析·····	(318)
柠檬酸盐 碳酸盐 磷酸盐	
7. 药效成分分析·····	(320)
8. 香料分析·····	(321)
二十四、家用洗涤剂分析·····	(321)
1. 关于洗涤剂成分·····	(321)
表面活性剂 助剂 其他物性、性能增效剂 摩擦剂	
2. 系统分析·····	(322)
分离方法 水分定量 乙醇可溶物、不溶物定量 阴离子表面活性剂	
的定性, 结合硫酸定量 烷基硫酸盐/磷酸盐的结合硫酸的分别定	
量 肥皂定量(石油醚萃取法) 非离子表面活性剂定量 尿素定量	
沸石定量 硅酸盐定量 磷酸盐定量 硫酸盐定量 碳酸盐定量	

二十五、气溶胶制品分析	(329)
1. 喷射剂分析	(329)
喷射剂定性 喷射剂定量	
2. 溶剂分析	(336)
溶剂定性 溶剂定量	
第五章 化妆品功能性评价方法	(339)
一、化妆品皮肤保湿效果测定方法	(339)
1. 高频电导测定装置测定法	(339)
测定原理 测定方法 生物体角质层水负荷试验	
2. 水分经皮肤失散	(340)
3. 化妆品的保湿性评价	(342)
4. 保湿性能检定试验	(342)
5. 长期使用试验	(344)
6. 生物体角质层模仿模型	(345)
二、防紫外线效果的测定方法	(345)
1. SPF测定法	(346)
2. 体外测定法	(349)
3. UVA防御效果测定法	(350)
三、皮肤增白效果的测定方法	(351)
1. 日晒引起的色素沉着	(351)
2. 增白效果测定	(352)
3. 结论	(354)
四、抑制黑色素产生效果的测定方法	(355)
1. 酪氨酸酶试验法	(356)
2. 用恶性黑色素瘤细胞试验法	(357)
五、护发—育发效果的测定方法	(361)
1. 育发成分的评价方法	(361)
2. 试管试验	(361)
3. 体外试验	(364)
4. 人实用试验	(365)
六、抗头皮屑效果的测定方法	(367)
1. 人体试验(临床试验)	(367)
2. 头皮屑量的代用特性值的测定	(370)
3. 头皮增生速度的测定	(372)
4. 抗头皮屑剂的筛选法	(372)
七、化学烫发剂的卷发效果的测定方法	(375)
1. 卷发形成的原理	(375)
2. 烫发剂的卷曲效果的测定方法	(377)

3. 卷发效果测定实例及其在产品开发中的应用	(379)
八、头发损伤的测定方法	(381)
1. 组织化学的评价技术	(381)
2. 架桥密度测定法	(385)
九、祛臭效果的测定方法	(388)
1. 用模型臭气物质的方法	(388)
2. 临床试验法	(390)
3. 用使用试验确认祛臭效果的方法	(393)
十、皮肤角质层再生速度的测定方法	(394)
1. 表皮再生周期	(394)
2. 角质层再生周期	(394)
3. 氯化丹酰法	(395)
4. 角质层细胞面积法	(397)
十一、皮肤粘弹性的测定方法	(402)
1. 皮肤的构造和力学特性	(402)
2. 人体上皮肤力学特性的测定方法	(403)
触诊计法 扭转计法 低频振动法 振动计法	
吸引法 利用智能装置触诊法	
3. 测定硬度的触觉传感器法	(406)
十二、皮肤皱纹的测定方法	(410)
1. 皮肤表面形态的评价	(411)
2. 皮肤皱纹测定方法	(411)
3. 测定实例	(413)
十三、皮肤脂质的测定方法	(417)
1. 体外评价法	(418)
2. 培养体系评价	(421)
3. 个体(动物器官)评价	(421)
4. 用人体评价	(422)
十四、皮肤温度和皮肤血流的测定方法	(427)
1. 皮肤微小循环系	(428)
2. 皮肤温度和皮肤血流测定法	(430)
十五、皮肤色和化妆色的测定方法	(436)
1. 皮肤色测定方法	(436)
2. 云母涂膜的化学测定方法	(442)
十六、头发水分含量的测定方法	(445)
1. 质量法	(446)
2. 卡尔·费休法	(447)
3. 热分析法	(448)

· 示差热分析(DTA)法 示差扫描热量测定(DSC)法 热重量测定(TG)法	
4. 高频容量法	(452)
5. 近红外线反射法	(453)
6. NMR法	(454)
十七、头发力学性质的测定方法	(454)
1. 拉伸试验	(456)
荷重—伸长法 应力缓和	
2. 纯弯曲试验	(459)
十八、头发动摩擦因数的测定方法	(461)
1. 动摩擦因数的测定方法	(462)
2. 梳理性测定方法	(465)
十九、口臭的测定方法	(467)
1. 口臭的本态及其预防	(467)
2. 口臭的测定方法	(468)
GC测定法 口臭检知器(BD)测定法	
3. 预防口臭商品的有效性评价的应用例	(470)

第一章 化妆品原料检验法

一、有机元素定量分析

碳、氢、氧是组成有机化合物的基本元素,此外还有氮、卤素、硫、磷、砷、汞、硅、硼以及金属元素。有机元素之间都是以共价键的形式组成的,呈化学惰性,因此,有机元素没有可以直接测定的方法。测定有机元素一般都应通过氧化或者还原的方法将有机元素转变为无机元素,然后根据各无机元素的特点,采用相应的检测方法进行测定。为消除试样中无机元素的干扰,试样必须经过纯化,或预先对无机元素进行测定。测定有机元素的方法有许多种,不同点在于将有机元素转变为无机元素的方法。对碳、氢、氧基本元素的检测是合成新化合物、研究天然化合物进行结构分析的基本方法,目前已有专门的元素分析仪供使用,读者如要作碳、氢、氧元素分析,可委托有关高等院校和科研院所测定,这里不作介绍。本节介绍目前应用最广泛的氧瓶燃烧法和克达尔法,分析除碳、氢、氧以外的常见元素,如卤素、氮、硫、磷等。

(一) 氧瓶燃烧法

1955年,W.Schöniger首先创立氧瓶燃烧法。此法无需特殊仪器,操作简便,适用范围广,可用于半微量和微量分析,是近年来研究最多,最受欢迎的分析方法。此法可以用于测定氯、溴、碘、氟、硫、磷、硼、砷等有机化合物。其原理是将试样在氧气充足的环境中,用白金丝或镍铬丝固定样品,进行完全燃烧,将有机元素转变为无机元素,经吸收液吸收后,分别采用适当的方法作定量分析。

(1) 仪器

分解瓶 500ml硬质锥形瓶,瓶上配有一空心磨口塞子,瓶塞下端焊接一根白金丝。白金丝一般以直径在0.5~0.8mm为宜,过分细的白金丝在燃烧时极易熔断,其长短依锥形瓶的大小而异,一般能伸到瓶子中央即可。白金丝的下端弯成钩形,也可做成白金片夹子或螺旋形状。也可用普通500ml锥形瓶代替,配以合适的橡皮塞,用一根二头插入橡皮塞的镍铬丝代替白金丝,燃烧分解时应注意火焰在瓶子中央。经作者所在实验室(无锡轻工大学化工系精化分析实验室)10多年的实践证明,同样可以取得较为满意的效果。

(2) 测定步骤

① **试样采取方法** 固体样品可以称在定量无灰滤纸的中央,无灰滤纸剪成图1-1所示的形状和大小,一般2cm见方,尾宽0.5cm,长约2cm。图中虚线表示包折的位置,其折叠方向和方法如图1-2a、b、c、d、e次序所示。用瓶塞上的镍铬丝将样品包住,滤纸尾部露在外部。