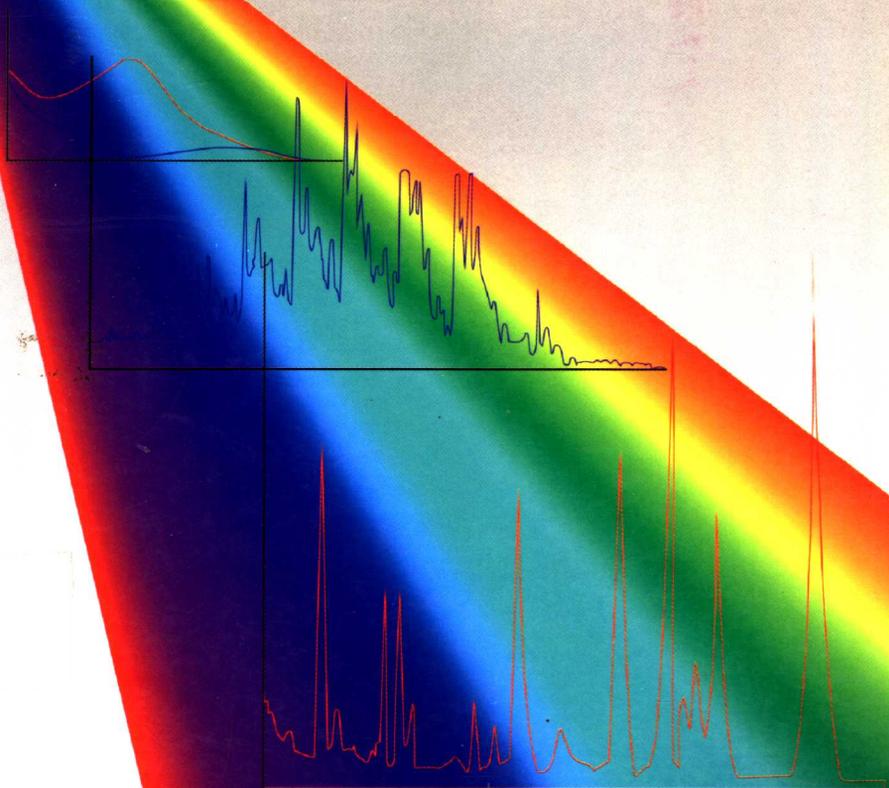


# 精细化学品分析

JINGXI HUAXUEPIN FENXI

高素莲 主编



安徽大学出版社

该书得到安徽大学“211 工程”  
学术专著出版基金资助

# 精细化学品分析

---

高素莲 仝雪梅 李仁群 周宁国

安徽大学出版社

## 图书在版编目(CIP)数据

精细化学品分析/高素莲主编. —合肥:安徽大学出版社,2000.4

ISBN 7-81052-322-8

I.精… II.高… III.精细化工-化工产品-分析  
IV.TQ075

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2000)第 17807 号

## 精细化学品分析

高素莲 王雪梅 李仁群 周宁国

---

出版发行	安徽大学出版社	印刷	中国科技大学印刷厂
	(合肥市肥西路3号 邮编 230039)	开本	850×1168 1/32
联系电话	编辑室 0551-5106428	印张	16.625
	发行部 0551-5107784	字数	417千
E-mail:	ahdxchps@mail.hf.ah.cn	版次	2000年5月第1版
责任编辑	李虹	印次	2000年5月第1次印刷
封面设计	孟献辉	印数	1000
经 销	新华书店		

---

ISBN 7-81052-322-8/O·22

定价 25.00 元

如有影响阅读的印装质量问题,请与出版社发行部联系调换

# 前 言

精细化学品泛指经过深加工的、技术密集度高的以及附加值大的化工产品,其多类产品又因为品种多、更新快、规模小、利润高,而有着很强的市场竞争力。精细化学品具有特定的功能和专用性质,对于增进工农业发展,丰富人们的生活具有重要的作用。精细化学品的产生和发展从来都是与人们的生活和生产活动紧密联系在一起的。精细化学工业已成为国民经济的基础工业之一。

精细化学品除来源于天然原料外,多数是化学合成品。在其生产和开发研究中,为了保证质量、提高产量、降低消耗、节约能源、增强市场竞争能力,对精细化学品进行全面而严格的分析检验是必不可少的,分析检测工作在生产和科研上的地位及作用日益重要,有“分析是工艺的眼睛”之美称。到目前为止,有关精细化学品的现代仪器分析专业书籍还很少,远不能满足读者的需要。为此,作者结合多年来的科研和教学工作实践,并参阅了 80 年代末期以来精细化工方面的大量中外文期刊、专著、资料以及该领域的最新进展,经综合提炼而著成了“精细化学品分析”一书奉献给读者。

精细化学品种类繁多,其分析检测方法难于一一赘述,经斟酌,拟定食品添加剂(包括调味剂、防腐剂、抗氧化剂、着色剂、营养强化剂和香精香料)、表面活性剂、塑料助剂、橡胶助剂以及化妆品原料为检测对象,介绍常规的理化检验方法的同时,着重阐述了现代仪器分析方法在精细化学品生产过程中的应用,有典型的代表性和很强的实用性。

全书共分五章。第一章阐述了精细化学品的概念与仪器分析法的基本原理及应用;第二章至第五章分别讨论了食品添加剂、表

101019111

面活性剂、高分子材料助剂以及化妆品原料的化学组成、分子结构与特性和分析鉴定的各种方法。内容丰富,涉及面广。它具有一定的理论深度和实用价值。是一本理论与实践兼顾,全面系统地讨论精细化学品分析方法的学术专著。作者期望本书能对精细化学品的科学研究、开发、生产、教学工作等起到促进作用;对从事这一领域的专业技术人员有一定参考价值。本书可作为高等学校精细化工专业、应用化学专业本科生的专业教材。

本书是由高素莲主编和统稿,王雪梅、李仁群、周宁国共同讨论,分工执笔完成。

由于本书涉及多门学科和专业,同时现代分析仪器技术不断更新和发展,而作者水平却有限,因此不妥或错误之处在所难免,敬请读者批评指正。

作 者

2000年4月

# 目 录

## 第一章 绪 论

1.1 精细化学品的概念 .....	1
1.1.1 精细化工生产特点 .....	2
1.1.2 精细化学品的检测方法 .....	3
1.1.2.1 化学分析法 .....	3
1.1.2.2 仪器分析法(物理化学分析法) .....	4
1.1.2.3 检测结果的表示方法 .....	5
1.2 仪器分析方法简介 .....	7
1.2.1 色谱法(Chromatography) .....	7
1.2.1.1 色谱法的类型 .....	8
1.2.1.2 色谱法中的吸附和分配作用 .....	10
1.2.1.3 色谱法的应用 .....	16
1.2.2 比色分析法 .....	16
1.2.2.1 比色分析原理 .....	17
1.2.2.2 比色分析类型 .....	20
1.2.3 分光光度法 .....	21
1.2.4 紫外吸收光谱法(UV) .....	21
1.2.4.1 紫外吸收光谱与电子跃迁 .....	22
1.2.4.2 紫外吸收光谱和有机化合物分子结构的关 系 .....	24
1.2.4.3 紫外光谱的应用 .....	29
1.2.5 红外光谱法(IR) .....	32
1.2.5.1 分子振动的类型 .....	33
1.2.5.2 基团频率 .....	34

1.2.5.3	谱图解析的步骤	37
1.2.5.4	解析谱图注意事项	39
1.2.5.5	试样制备方法	40
1.2.6	质谱法(MS)	44
1.2.6.1	质谱术语	45
1.2.6.2	质谱中离子类型	45
1.2.6.3	解析质谱的一般程序	49
1.2.7	核磁共振光谱法(NMR)	51
1.2.7.1	化学位移与分子结构关系	51
1.2.7.2	$^1\text{H}$ -NMR 光谱	52
1.2.7.3	$^{13}\text{C}$ -NMR 光谱	55
1.2.7.4	$^1\text{H}$ -NMR 谱解析一般程序	57
1.2.7.5	$^{13}\text{C}$ -NMR 谱解析一般程序	58
1.2.7.6	核磁共振实验条件	59
1.2.8	有机化合物的综合分析法	61
1.2.8.1	样品的纯度及分离	62
1.2.8.2	综合解析程序	63
1.2.9	原子吸收光谱法	69
1.2.9.1	原子吸收光谱法的基本原理	69
1.2.9.2	原子吸收光谱法的优点和缺点	70
1.2.10	原子发射光谱法	71
1.2.10.1	原子发射光谱法的基本原理	71
1.2.10.2	原子发射光谱法优点	72
1.2.11	流动注射分析法	72
<b>第二章 食品中添加剂的检测</b>		
2.1	概述	75
2.1.1	常规的理化检验法	76
2.1.2	现代仪器分析法	76

2.2	食品调味剂的检测	77
2.2.1	食品调味剂的特性及分子结构	77
2.2.1.1	甜味剂	77
2.2.1.2	酸味剂	79
2.2.1.3	增味剂(鲜味剂)	80
2.2.2	常规理化检验法检测食品调味剂	81
2.2.2.1	甜味剂的检测	81
2.2.2.2	酸味剂的检测	83
2.2.2.3	增味剂的检测	83
2.2.2.4	咸味剂的检测	84
2.2.3	色谱分析法检测食品调味剂	86
2.2.3.1	GC法测定食品中糖精与糖精钠的含量	86
2.2.3.2	GC法测定食品中柠檬酸、苹果酸、酒石酸、富马酸的含量	88
2.2.3.3	气-液层析法测定香肠中的山梨糖醇	90
2.2.3.4	HPLC法测定食品中5'-肌苷酸钠、5'-尿苷酸钠、5'-鸟苷酸钠的含量	91
2.2.3.5	HPLC法测定奶品中的乳清酸、柠檬酸、丙酮酸、乳酸、尿酸、乙酸、丙酸、丁酸和马尿酸	94
2.2.3.6	TLC法测定食品中糖精钠	96
2.2.3.7	TLC法测定橙皮素二氢查耳酮葡萄糖苷	98
2.2.4	比色分析法检测食品调味剂	98
2.2.4.1	蒽酮比色法检测甜叶菊苷的含量	98
2.2.4.2	比色法检测磷酸及其盐类	100
2.2.5	分光光度法检测食品调味剂	103
2.2.5.1	5'-肌苷酸钠和5'-鸟苷酸钠含量的测定	103
2.2.5.2	甘草酸二钠和甘草酸三钠含量的测定	104
2.3	食品防腐剂和抗氧化剂的检测	104

2.3.1	食品防腐剂的特性及分子结构 .....	104
2.3.2	食品抗氧化剂的特性及分子结构 .....	107
2.3.3	化学分析法检测食品防腐剂和抗氧化剂 .....	110
2.3.3.1	苯甲酸及其盐类的检测 .....	110
2.3.3.2	用不同指示剂化学滴定法测定食品防腐剂和抗氧化剂的含量 .....	112
2.3.4	色谱分析法检测食品防腐剂和抗氧化剂 .....	113
2.3.4.1	GC法测定山梨酸和苯甲酸的含量 .....	113
2.3.4.2	GC法测定食品中对羟基苯甲酸酯的含量 .....	115
2.3.4.3	GC法测定抗氧化剂 BHA, BHT 的含量 .....	117
2.3.4.4	GC法测定苯甲酸和对羟基苯甲酸的含量 .....	119
2.3.4.5	GC法测定富马酸二甲酯的含量 .....	119
2.3.4.6	HPLC法测定食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的含量 .....	120
2.3.4.7	TLC法测定食品中抗氧化剂 BHA, BHT, PG, LAG, NDGA, EPC 的含量 .....	122
2.3.4.8	TLC法测定食品中山梨酸、苯甲酸的含量 .....	123
2.3.5	分光光度法检测食品防腐剂和抗氧化剂 .....	125
2.3.5.1	食品中山梨酸及其山梨酸钾含量的测定 .....	125
2.3.5.2	食品中 BHA 和 BHT 含量的测定 .....	128
2.3.5.3	食品中没食子酸丙酯(PG)含量的测定 .....	130
2.3.5.4	食品中苯甲酸含量的测定 .....	132
2.3.5.5	荧光分光光度法测定食品中维生素 C .....	134
2.4	食用色素(着色剂)的检测 .....	136
2.4.1	食用合成色素的特征及分子结构 .....	136
2.4.2	食用天然色素的特性及分子结构 .....	138
2.4.3	食用色素的检测 .....	142
2.4.3.1	比色法和 TLC法测定食用着色剂的含量 .....	142

2.4.3.2	HPLC法测定食用着色剂的含量 .....	147
2.4.3.3	层析分离-比色法测定食品中胡萝卜素的含量 .....	150
2.4.3.4	极谱分析法测定食品中苋菜红和胭脂红的含量 .....	151
2.4.3.5	二阶导数示波极谱法测定食品中姜黄素的含量 .....	152
2.5	食品营养强化剂的检测 .....	153
2.5.1	维生素类的检测 .....	153
2.5.1.1	维生素的特性及提取纯化 .....	153
2.5.1.2	三氯化锑比色法测定食品中维生素 A 的含量 .....	155
2.5.1.3	紫外分光光度法测定食品中维生素 D 的含量 .....	157
2.5.1.4	荧光法测定食品中维生素 B <sub>1</sub> 的含量 .....	159
2.5.1.5	比色法测定食品中烟酸(尼克酸)的含量 .....	164
2.5.1.6	比色法测定食品中维生素 E 的含量 .....	166
2.5.1.7	GC法检测食品中维生素 K 的含量 .....	168
2.5.1.8	薄层层析-荧光法测定食品中维生素 A 的含量 .....	170
2.5.1.9	薄层层析-分光光度法测定食品中叶酸的含量 .....	171
2.5.1.10	HPLC法分离测定维生素类混合物 .....	172
2.5.1.11	HPLC法测定食品中水溶性维生素的含量 .....	173
2.5.2	氨基酸的检测 .....	177
2.5.2.1	氨基酸的特性及提取纯化 .....	177
2.5.2.2	氨基酸总量的检测 .....	181
2.5.2.3	GC法检测蛋白质水解氨基酸 .....	184

2.5.2.4	CGC 法测定食品中游离氨基酸 .....	186
2.5.2.5	HPLC 法测定 PTH-氨基酸 .....	189
2.5.2.6	TLC 法测定氨基酸 .....	190
2.5.2.7	纸色谱法测定食品中氨基酸 .....	192
2.5.2.8	荧光分光光度法测定食品中色氨酸的含量 .....	197
2.5.2.9	茚三酮比色法测定食品中赖氨酸的含量 .....	199
2.5.3	食品中矿物质的检测 .....	200
2.5.3.1	食品强化的钙盐特性及分子结构 .....	201
2.5.3.2	食品中矿物元素的样品处理方法 .....	202
2.5.3.3	化学滴定法测定食品中钙的含量 .....	205
2.5.3.4	比色法测定食品中磷、铜、铁、碘的含量 .....	206
2.5.3.5	荧光法测定食品中硒的含量 .....	209
2.5.3.6	原子吸收光谱法测定食品中钾、钠、钙、镁、 铜、铁、锌的含量 .....	211
2.5.3.7	原子发射光谱法测定食品中钾、钠、钙、镁、铜、 铁、锌的含量 .....	212
2.6	食用香精香料的检测 .....	214
2.6.1	食用香精香料的特性 .....	214
2.6.2	综合技术分析食用香精香料 .....	215
2.6.2.1	从复杂体系中分离香味化合物 .....	216
2.6.2.2	香味物质的鉴定、测定和结构确定 .....	218
2.6.2.3	应用实例 .....	221
<b>第三章</b>	<b>表面活性剂的检测</b>	
3.1	概述 .....	238
3.1.1	表面活性剂定义 .....	239
3.1.2	表面活性剂的分子结构特点 .....	239
3.1.3	表面活性剂的分类 .....	240
3.1.4	表面张力的测定 .....	243

3.1.5	临界胶束浓度(C·M·C·)的测定	244
3.1.5.1	表面张力法测定 C·M·C·值	244
3.1.5.2	染料法测定 C·M·C·值	245
3.1.5.3	电导法测定 C·M·C·值	246
3.1.5.4	化学发光法测定 C·M·C·值	247
3.1.6	表面活性剂的亲水亲油平衡值测定	250
3.1.6.1	表面活性剂的 HLB 值计算	251
3.1.6.2	表面活性剂的 HLB 值实验测定	252
3.2	化学分析法测定表面活性剂	255
3.2.1	表面活性剂的定性鉴定	255
3.2.1.1	酸化法	255
3.2.1.2	染料指示剂法	255
3.2.1.3	沉淀法	257
3.2.1.4	纸层析显色法	258
3.2.1.5	水解系统分析法	258
3.2.2	表面活性剂的定量分析	259
3.2.2.1	质量分析法	259
3.2.2.2	滴定分析法	264
3.3	仪器分析法测定表面活性剂	270
3.3.1	色谱法(Chromatography)	270
3.3.1.1	气相色谱法(GC)	270
3.3.1.2	高效液相色谱法(HPLC)	275
3.3.1.3	薄层色谱法(TLC)	276
3.3.2	红外光谱法(IR)	281
3.3.2.1	阴离子表面活性剂的鉴定	281
3.3.2.2	阳离子表面活性剂的鉴定	285
3.3.2.3	非离子表面活性剂的鉴定	287
3.3.2.4	两性表面活性剂的鉴定	289

3.3.3	紫外—可见光分光光度法(UV - VIS) .....	291
3.3.4	核磁共振光谱法(NMR) .....	295
3.3.5	质谱法(MS) .....	305
3.3.6	流动注射法与其它方法结合测定表面活性剂 ..	309
3.3.7	化学发光法 .....	312
3.3.8	应用实例 .....	314
3.3.8.1	琥珀酸月桂单酯及其衍生物的合成产物分 析 .....	314
3.3.8.2	HPLC 法分离不同类型表面活性剂 .....	318
3.3.8.3	柠檬酸月桂醇酯的合成产物分析 .....	319
3.3.8.4	有机磷阻燃剂乳浊液中助剂的剖析 .....	320
3.3.8.5	$\alpha$ -甲基苄基酚聚氧乙烯醚的结构分析 .....	325
3.3.8.6	聚氧乙烯烷基醇醚硫酸钠的剖析 .....	328
3.3.8.7	N-月桂酰基谷氨酸二酯的合成产物分析 ..	330
3.3.8.8	烷基萘降凝剂合成产物中有效组分的化学结 构研究 .....	331
3.3.8.9	二烷基二甲基氯化铵的合成产物的分析 ..	337

#### 第四章 高分子材料助剂的检测

4.1	概述 .....	340
4.2	塑料和橡胶助剂的种类 .....	344
4.2.1	塑料助剂 .....	344
4.2.1.1	增塑剂 .....	345
4.2.1.2	稳定剂 .....	345
4.2.1.3	阻燃剂 .....	347
4.2.1.4	润滑剂 .....	347
4.2.1.5	发泡剂 .....	347
4.2.1.6	引发剂 .....	348
4.2.2	橡胶助剂 .....	348

4.2.2.1	硫化剂及硫化促进剂 .....	348
4.2.2.2	防老剂 .....	349
4.2.2.3	防焦剂 .....	350
4.2.2.4	胶溶剂 .....	350
4.2.2.5	防霉剂 .....	350
4.3	高分子材料助剂的性能及抗氧效能的研究 .....	351
4.3.1	热重分析法(TGA)研究高分子材料助剂的热稳定性及抗氧效能 .....	351
4.3.1.1	TGA法的基本原理 .....	351
4.3.1.2	TGA法衡量高分子助剂的热稳定性 .....	352
4.3.1.3	TGA法研究抗氧剂及氧化加速剂的效能 .....	353
4.3.2	差热分析法(DTA)与差示扫描量热法(DSC)研究抗氧剂的效能 .....	354
4.3.2.1	DTA法的基本原理 .....	354
4.3.2.2	DSC法的基本原理 .....	354
4.3.2.3	DTA法研究抗氧剂的效能 .....	355
4.3.2.4	DSC法研究抗氧剂的效能 .....	357
4.3.2.5	DTA(或DSC)法测定塑料中抗氧剂含量与诱导期的关系 .....	357
4.3.3	TGA法与DSC法联用技术研究抗氧剂的性能 .....	358
4.3.4	化学发光法评价抗氧剂的相对效能 .....	360
4.3.5	IR法研究热稳定剂的稳定机理 .....	361
4.3.6	HPLC法研究烯烃聚合碳-碳键型引发剂的热力学反应 .....	363
4.4	高分子材料助剂及中间体的检测 .....	365
4.4.1	滴定分析法 .....	365
4.4.1.1	引发剂过硫酸钾含量的测定 .....	365
4.4.1.2	阻聚剂对苯二酚含量的测定 .....	366

4.4.1.3	硫磺的纯度测定 .....	367
4.4.1.4	引发剂过氧化氢二异丙苯含量的测定 .....	369
4.4.1.5	碘滴定法测定阻聚剂二甲基二硫代氨基甲 酸钠的含量 .....	370
4.4.1.6	一步合成苯并三唑钠含量的测定 .....	371
4.4.2	质量分析法 .....	373
4.4.2.1	分散剂二萘间次甲基磺酸钠含量的测定 .....	373
4.4.2.2	硫磺在氯丁二烯中溶解度的测定 .....	373
4.4.3	分光光度法 .....	374
4.4.3.1	橡胶中防老剂丁含量的测定 .....	374
4.4.3.2	防老剂 2,6,4(2,6-二叔丁基对甲酚)含量 的测定 .....	376
4.4.4	色谱法 .....	377
4.4.4.1	一步合成抗氧化剂 1010 产物的测定 .....	377
4.4.4.2	抗氧化剂 1010 的中间产物的测定 .....	379
4.4.4.3	橡胶混料中的助剂的分离鉴定 .....	382
4.4.4.4	聚丙烯中的抗氧化剂的分离鉴定 .....	383
4.4.4.5	聚乙烯、聚丙烯和聚氯乙烯中的抗氧化剂、紫 外吸收剂和稳定剂的分离鉴定 .....	384
4.4.4.6	未硫化橡胶胶料中促进剂和抗氧化剂的分离 鉴定 .....	388
4.4.4.7	抗氧化剂 1010, TP-78, 264, 光稳定剂 2002, 受阻胺和紫外吸收剂 327 的分离鉴定 .....	391
4.4.4.8	高烷基丙烯酸酯混合物的分析 .....	395
4.4.4.9	抗氧化剂 BHT 生产中烷基化反应产物的分 析 .....	400
4.4.4.10	二元酸酯类增塑剂的分离分析 .....	402
4.4.5	综合技术分析法 .....	403

4.4.5.1	正构壬醇与苯酚的烷基化反应产物的分析 .....	404
4.4.5.2	邻苯二甲酸丁苄酯的合成产物分析 .....	407
4.4.5.3	杂多酸催化合成马来酸二异戊酯的产物分析 .....	407
4.4.5.4	N,N-二乙基苯胺的合成产物的分析 .....	408
4.4.5.5	二甲硅二醇的合成产物的分析 .....	410
4.4.5.6	聚丙烯纤维中助剂的分析 .....	411
4.4.5.7	硫化橡胶(NBR)中助剂的分析 .....	416
4.4.5.8	酚类橡胶防老剂的分离鉴定 .....	420
4.4.5.9	邻苯二甲酸酯类型的增塑剂结构鉴定 .....	423
4.4.5.10	橡胶中的硫化促进剂鉴定 .....	425
4.4.5.11	橡胶中的抗氧剂鉴定 .....	426
4.4.5.12	水杨酸五溴苯酚酯合成产物分析 .....	429
4.4.5.13	邻羟基苯甲酸三溴苯酯合成产物分析 .....	430
4.4.5.14	2-硝基-2-乙基-1,3-二叠氨基丙烷合成产物的分析 .....	431
4.4.5.15	高效磷酸酯类阻燃剂合成产物的分析 .....	432

## 第五章 化妆品原料的检测

5.1	概述 .....	434
5.1.1	化妆品的定义及分类 .....	434
5.1.2	化妆品用原料 .....	434
5.1.3	化妆品原料规格及分析 .....	436
5.2	化妆品原料的常规检测 .....	439
5.2.1	相对密度的测定 .....	439
5.2.2	熔点的测定 .....	439
5.2.3	凝固点的测定 .....	441
5.2.4	粘度的测定 .....	442

5.2.5	折光指数的测定	446
5.2.6	浊点的测定	447
5.2.7	旋光度的测定	448
5.2.8	水溶液 pH 值的测定	449
5.2.9	酸价的测定	451
5.2.10	碘价的测定	452
5.2.11	皂化价的测定	453
5.2.12	羟价的测定	454
5.2.13	不皂化物的测定	455
5.2.14	水分定量法	456
5.2.15	干燥减量试验法	458
5.2.16	灼烧减量试验法	458
5.3	综合技术检测化妆品原料	459
5.3.1	电位滴定法检测化妆品原料	459
5.3.1.1	高氯酸电位滴定法测定脂肪烷基二甲基甜菜碱活性物含量	459
5.3.1.2	电位滴定法测定阴离子表面活性剂	461
5.3.2	色谱法检测化妆品原料	462
5.3.2.1	薄层扫描法定量单硬脂酸甘油酯	462
5.3.2.2	TLC/FID 法测定脂肪醇聚氧乙烯醚中游离脂肪醇及聚乙二醇的含量	464
5.3.2.3	TLC 法定量测定双十八烷基二甲基氯化铵 (DODMAC)	467
5.3.2.4	GC 法分析油脂的脂肪酸组成	471
5.3.2.5	CGC 法分析月见草油中 $\gamma$ -亚麻酸的含量	473
5.3.2.6	GC 法分析甘油	475
5.3.2.7	GC 法测定脂肪醇聚氧乙烯醚疏水基	476
5.3.2.8	GC 法分析烷基糖苷	478