

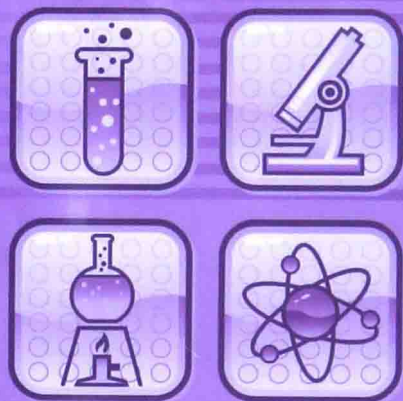
高职高专系列教材

# 精细化学品

## 分析与检验

贾长英 张晓娟 李辉 李泓睿 等 编著  
唐丽华 主审

JINGXI HUAXUEPIN  
FENXI YU JIANYAN



中国石化出版社

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

高职高专系列教材

# 精细化学品分析与检验

贾长英 张晓娟 李辉 李泓睿 等 编著  
唐丽华 主审

中国石化出版社

## 内 容 提 要

本书系统介绍了精细化学品分析检验基础、常用分离技术、质量控制常规项目检验技术、常见官能团定量分析技术、现代分离分析技术、微量及痕量组分定量分析技术等基础理论,以及这些理论在复配型精细化学品分析检验中的运用;所涉及的精细化学品有洗涤剂、表面活性剂、日用化学品、颜料、涂料、农药和电子级精细化学品等。

本书可作为精细化工专业用书,还可用作化工行业相关企业的中高级化学检验技师的培训辅助教材,也可作为高级技校、技师学院、高职院校相关专业的教学用书。

## 图书在版编目(CIP)数据

精细化学品分析与检验 / 贾长英等编著. —北京:  
中国石化出版社, 2015. 3  
高职高专系列教材  
ISBN 978 - 7 - 5114 - 3201 - 8

I. ①精… II. ①贾… III. ①精细化工—化工产品—  
工业分析—高等教育—教材②精细化工—化工产品—  
检验—高等教育—教材 IV. ①TQ075

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 038086 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 15.5 印张 366 千字

2015 年 3 月第 1 版 2015 年 3 月第 1 次印刷

定价:38.00 元

# 前 言

依据《国家中长期教育改革和发展规划纲要》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、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；面向生产和服务第一线的高级技术应用型人才是高等职业教育的培养目标之一，《精细化学品分析与检验》的编写正是为这一目标而作。

本书以《国家职业标准》中高级化学检验工知识要求和技能要求为依据，结合精细化工行业技术人才培训和技术鉴定的实际需要，以分析检验的基本程序为主线，以精细化学品分析的特点和过程为中心，系统介绍试样采集与预处理，标准分类与分级、检索与使用，化学试剂分类与正确选用，溶液配制，数据处理与分析质量保证等知识，以及常规分析和微量组分分析中常用技术的基本理论、主要操作和关键细节等内容。

本书以分析检验的基础和常用技术为核心，将内容分为理论基础、技能训练、典型产品分析检验三大部分，按照理论-实践-应用的顺序编写完成。

理论基础部分从实用角度出发、以常用技术为主线，涵盖了精细化学品分析检验基础、常用分离技术、质量控制常规项目检验技术、常见官能团定量分析技术、现代分离分析技术和微量及痕量组分定量分析技术等基础理论及其运用等内容。

技能训练部分以复配型精细化学品常用溶剂和不同剂型产品为主线，以模块方式，按照溶剂、表面活性剂、液体制剂、半固体制剂、固体制剂和气雾剂顺序编写；使理论基础部分的常用检验技术在不同类型产品的检验中得到实际运用和训练。每一模块包括产品简介、训练要求、检验操作、注意事项等内容；在求同存异的同时，使不同类型产品分析检验的特点突出显现。

典型产品分析检验部分涉及了颜料、涂料、农药和电子级精细化学品分析检验等内容，加深了理论部分的运用，突出了精细化学品的分析检验内容及其高质量要求特点。

全书以精细化学品分析与检验中常用理论和技术的运用为宗旨，以常规技能训练和典型精细化学品分析与检验为目标；针对此过程中常用分离和分析仪器的原理、使用与日常维护、实践技巧等核心内容进行阐述，涵盖了日用化学品、表面活性剂、洗涤剂、涂料、农药等产品的分析检验及其常用技术等，内容注重基础、面向实际、启发应用，使学生获得全面分析检验知识的同时，增强了具体产品检验中的操作技能素质培养。

本书在内容的阐述过程中，对一些基本概念、专业术语、主要知识点及关

键操作等内容采用字体加粗的方式进行突出显示，便于学生自学；书中每章后附有思考题，对主要问题给予解答，便于学生复习和掌握。

本书第1章、第3章、第4章、第5章和各章后习题由贾长英编写，第2章、第6章由张晓娟编写，第7章、第8章由李辉和北京化工大学李泓睿完成，全书由贾长英统稿，唐丽华主审。

在本书编写的过程中参考了许多资料，主要参考书籍及文献列于书末，编者对书中相关内容的各位列出作者或因查证困难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沈阳工业大学沈国良、陈延明、李福宝、李素君等院领导和中国石化出版社的大力支持和帮助，在此一并表示衷心感谢！

鉴于水平和能力所限，书中不当之处在所难免，敬请专家学者和读者朋友不吝指正。

编者

# 目 录

第 1 章 精细化学品分析检验基础	( 1 )
1.1 精细化学品的分析与检验	( 1 )
1.1.1 精细化学品	( 1 )
1.1.2 分析与检验	( 2 )
1.2 精细化学品分析检验的基本程序	( 3 )
1.3 试样的采集与预处理	( 5 )
1.3.1 采样的目的及基本原则	( 5 )
1.3.2 采样的一般要求	( 5 )
1.3.3 采样容器、采样记录及样品保存的要求	( 5 )
1.3.4 采样的注意事项	( 6 )
1.3.5 采样方法与贮存	( 6 )
1.3.6 样品的预处理	( 7 )
1.3.7 采样及制样示例	( 9 )
1.4 混合组分的分离	( 9 )
1.5 微量组分的分离与富集	( 10 )
1.5.1 液体样品中微量有机组分的富集与分离	( 10 )
1.5.2 固体样品中微量组分的富集与分离	( 11 )
1.5.3 气体样品中微量组分的富集	( 12 )
1.6 标准的分类与分级、检索与使用	( 13 )
1.6.1 标准定义、分类与分级	( 13 )
1.6.2 标准的检索	( 14 )
1.7 溶液配制	( 14 )
1.7.1 分析实验室用水规格与选择、制备与贮存及检验	( 15 )
1.7.2 化学试剂的分类与选择、标准物质的分级与用途	( 16 )
1.8 溶液浓度表示法	( 18 )
1.9 溶液的种类与配制	( 20 )
1.9.1 滴定分析用标准溶液的配制	( 21 )
1.9.2 杂质测定用标准溶液的配制	( 22 )
1.9.3 pH 测定用标准缓冲溶液的配制	( 22 )
1.9.4 配制溶液注意事项	( 23 )
1.9.5 溶液标签书写内容及格式	( 23 )
1.10 数据处理与质量保证	( 24 )
1.10.1 正确运用有效数字与修约规则	( 24 )

1. 10.2	可疑数据的取舍	( 25 )
1. 10.3	测定结果的数值表达方式	( 27 )
1. 10.4	提高分析结果准确度的方法	( 28 )
1. 10.5	分析检验中的质量保证	( 29 )
1. 11	精细化学品分析与检验中的常用技术	( 31 )
1. 11.1	化学分析技术	( 31 )
1. 11.2	物理常数测定技术	( 31 )
1. 11.3	色谱分析技术	( 32 )
1. 11.4	分光光度分析技术	( 32 )
1. 11.5	电化学分析技术	( 32 )
1. 11.6	波谱分析及联用技术	( 32 )
	思考题	( 33 )
<b>第2章</b>	<b>常用分离技术</b>	( 35 )
2.1	概述	( 35 )
2.1.1	分离的定义和实施条件	( 35 )
2.1.2	分离方法的分类和选择依据	( 35 )
2.2	过滤	( 36 )
2.2.1	过滤介质	( 37 )
2.2.2	过滤器具及方法	( 38 )
2.2.3	沉淀物的洗涤	( 40 )
2.3	结晶与重结晶	( 40 )
2.3.1	结晶	( 40 )
2.3.2	重结晶	( 42 )
2.4	升华	( 47 )
2.5	蒸发与蒸馏	( 49 )
2.5.1	常压蒸馏	( 49 )
2.5.2	减压蒸馏	( 51 )
2.5.3	分馏法	( 53 )
2.5.4	水蒸气蒸馏	( 54 )
2.6	浸取和萃取	( 57 )
2.6.1	浸取	( 57 )
2.6.2	萃取	( 61 )
	思考题	( 61 )
<b>第3章</b>	<b>质量控制常规项目检验技术</b>	( 62 )
3.1	熔点与凝固点/结晶点	( 62 )
3.1.1	熔点与样品纯度的关系	( 63 )
3.1.2	熔点测定方法与操作技术	( 63 )
3.1.3	熔点与分子结构的关系	( 67 )
3.1.4	凝固点/结晶点测定技术	( 70 )
3.2	密度	( 70 )

3.2.1	密度的定义和表达 .....	( 70 )
3.2.2	密度测定方法及操作技术 .....	( 72 )
3.2.3	相对密度与分子结构的关系 .....	( 77 )
3.3	折射率 .....	( 77 )
3.3.1	阿贝折射仪操作技术 .....	( 78 )
3.3.2	影响折射率的因素 .....	( 80 )
3.3.3	折射率测定的应用 .....	( 80 )
3.4	沸点与沸程 .....	( 81 )
3.4.1	蒸馏法 .....	( 82 )
3.4.2	毛细管法 .....	( 82 )
3.4.3	标准状况下沸点的计算 .....	( 83 )
3.4.4	沸程的测定 .....	( 84 )
3.4.5	沸程测定的应用 .....	( 86 )
3.4.6	沸点与分子结构的关系 .....	( 87 )
3.5	闪点与燃点 .....	( 87 )
3.5.1	闭口杯法 .....	( 88 )
3.5.2	开口杯法 .....	( 90 )
3.5.3	影响闪点测定结果的几个关键因素 .....	( 90 )
3.6	黏度 .....	( 91 )
3.6.1	毛细管黏度计法 .....	( 92 )
3.6.2	旋转黏度计法 .....	( 94 )
3.6.3	黏度杯法 .....	( 95 )
3.7	色度 .....	( 96 )
3.7.1	铂-钴色度标准法 .....	( 96 )
3.7.2	加德纳色度标准法 .....	( 97 )
3.8	水含量 .....	( 98 )
3.8.1	烘干法(加热减量法) .....	( 99 )
3.8.2	共沸蒸馏法 .....	( 100 )
3.8.3	卡尔·费休法 .....	( 101 )
3.9	pH 值 .....	( 103 )
3.10	电导率 .....	( 107 )
	思考题 .....	( 107 )
<b>第 4 章</b>	<b>常见官能团定量分析技术 .....</b>	<b>( 109 )</b>
4.1	羧基 .....	( 109 )
4.1.1	酸量法 .....	( 109 )
4.1.2	氧化法 .....	( 110 )
4.1.3	比色法 .....	( 111 )
4.2	酯基 .....	( 112 )
4.2.1	易皂化酯的测定 .....	( 113 )
4.2.2	乙烯基酯的测定 .....	( 114 )



4.3 醇羟基 .....	(114)
4.3.1 伯、仲醇的测定 .....	(114)
4.3.2 邻醇羟基的测定 .....	(116)
4.4 酸酐基 .....	(120)
4.4.1 酰胺生成法 .....	(120)
4.4.2 比色法 .....	(121)
4.4.3 酸酐中游离酸的测定 .....	(121)
4.5 双键 .....	(122)
思考题 .....	(122)
<b>第5章 现代分离分析技术——色谱</b> .....	(123)
5.1 色谱法概述 .....	(123)
5.1.1 基本原理和特点 .....	(123)
5.1.2 色谱法的分类 .....	(123)
5.1.3 色谱流出曲线和基本术语 .....	(124)
5.1.4 色谱定性鉴定方法 .....	(124)
5.1.5 色谱定量测定方法 .....	(125)
5.2 色谱理论 .....	(127)
5.2.1 基本概念 .....	(127)
5.2.2 色谱理论 .....	(128)
5.3 气相色谱 .....	(130)
5.3.1 气相色谱仪结构流程 .....	(130)
5.3.2 气相色谱仪主要部件 .....	(130)
5.3.3 气相色谱固定相 .....	(131)
5.3.4 气相色谱检测器 .....	(133)
5.3.5 分离操作条件的选择 .....	(135)
5.3.6 气相色谱法测定微量水 .....	(137)
5.4 高效液相色谱 .....	(138)
5.4.1 液相色谱与气相色谱的比较 .....	(138)
5.4.2 高效液相色谱仪 .....	(139)
5.4.3 高效液相色谱的流动相和固定相 .....	(140)
5.4.4 液相色谱的主要类型及其应用 .....	(141)
5.4.5 高效液相色谱在精细化学品分析中的应用 .....	(143)
5.5 薄层色谱 .....	(143)
5.5.1 概述 .....	(143)
5.5.2 薄层色谱分离原理及结果表达 .....	(143)
5.5.3 薄层色谱的固定相及其选择 .....	(144)
5.5.4 薄层色谱的展开剂及其选择 .....	(145)
5.5.5 薄层色谱的操作技术 .....	(145)
5.5.6 薄层色谱在精细化学品分析中的应用 .....	(148)
思考题 .....	(148)

<b>第6章 微量及痕量组分定量分析技术</b> .....	(151)
6.1 紫外-可见分光光度法 .....	(152)
6.1.1 基本原理 .....	(152)
6.1.2 显色反应及显色条件的选择 .....	(156)
6.1.3 吸光度测量条件的选择 .....	(159)
6.1.4 仪器结构组成及其部件性能 .....	(160)
6.2 原子吸收分光光度法 .....	(161)
6.2.1 原子吸收分光光度法与紫外可见吸收光度法的比较及特点 .....	(161)
6.2.2 原子吸收光谱法基本原理 .....	(162)
6.2.3 原子吸收分光光度计基本结构及部件性能 .....	(163)
6.2.4 原子吸收光谱法中的干扰及其抑制 .....	(168)
6.2.5 原子吸收光度法中的定量分析方法及其评价 .....	(169)
6.2.6 原子吸收光度法中的测定条件的选择 .....	(171)
思考题.....	(172)
<b>第7章 精细化学品分析与检验技能训练</b> .....	(176)
7.1 溶剂 .....	(176)
7.1.1 化妆品生产用水的检验 .....	(177)
7.1.2 工业乙酸丁酯的检验 .....	(178)
思考题.....	(181)
7.1.3 工业环己酮的检验 .....	(182)
思考题.....	(186)
7.2 表面活性剂 .....	(186)
7.2.1 产品简介 .....	(186)
7.2.2 表面活性剂质量检验项目 .....	(186)
7.2.3 表面活性剂在化妆品中的纯净度要求 .....	(187)
7.2.4 训练要求 .....	(187)
7.2.5 表面活性剂表面(界面)张力的测定(GB 5549—2010) .....	(187)
7.2.6 表面活性剂的类型鉴别 .....	(191)
7.2.7 表面活性剂有效物含量的定量分析 .....	(193)
7.2.8 表面活性剂的应用性能检验 .....	(199)
思考题.....	(201)
7.3 液体制剂 .....	(202)
7.3.1 产品简介 .....	(202)
7.3.2 训练要求 .....	(202)
7.3.3 稳定性试验 .....	(202)
7.3.4 乳化体类型的检验 .....	(203)
7.3.5 产品质量和功效检验 .....	(204)
思考题.....	(208)
7.4 半固体制剂(膏剂) .....	(208)
7.4.1 产品简介 .....	(208)

7.4.2	训练要求	(208)
7.4.3	润肤膏霜的质量检验	(208)
7.5	固体制剂	(209)
7.5.1	产品简介	(209)
7.5.2	粉体特性及其测定	(210)
7.5.3	训练要求	(212)
7.5.4	粉状洗涤剂颗粒度的检验——干筛法	(212)
7.5.5	农药粉粒细度的检验——湿筛法	(213)
7.5.6	粉状洗涤剂白度的检验	(214)
7.5.7	可湿性粉剂悬浮率的测定	(215)
7.5.8	可湿性粉剂润湿性的测定	(215)
7.6	气雾剂	(216)
7.6.1	产品简介	(216)
7.6.2	气雾剂的分类及其性质	(216)
7.6.3	气雾剂产品质量检查项目及其检验方法	(217)
7.6.4	气雾和喷雾类化妆品的质量分析	(218)
<b>第8章</b>	<b>典型精细化学品的分析与检验</b>	<b>(220)</b>
8.1	颜料的检验	(220)
8.1.1	颜料颜色	(220)
8.1.2	遮盖力	(221)
8.1.3	吸油量	(221)
8.1.4	筛余物含量	(222)
8.1.5	水溶物含量	(222)
8.1.6	稳定性	(222)
8.2	涂料的检验	(223)
8.2.1	涂料产品简介	(223)
8.2.2	涂料中有害成分的测定	(224)
8.3	农药的检验	(228)
8.3.1	农药通用指标的检验	(228)
8.3.2	氧乐果含量的测定——薄层色谱-溴化法	(230)
8.3.3	敌百虫含量的测定——高效液相色谱法	(232)
8.4	电子级精细化学品的分析	(233)
8.4.1	电子级化学试剂及其分析技术	(233)
8.4.2	电子级磷酸的检测	(235)
	思考题	(236)
	参考文献	(237)
	附表	(238)

# 第 1 章 精细化学品分析检验基础

## 1.1 精细化学品的分析与检验

### 1.1.1 精细化学品

在化工生产中，通常把能全部或部分转化为产品的物质称为化工原料；化工企业将化工原料经过单元过程或单元操作而制得的可作为生产资料和生活资料的成品，都是化工产品。化工产品按照国家标准 GB 7635.1—2002 划分为九大类，见表 1-1。

表 1-1 化工产品分类表

类别	门类
无机酸类	硫酸、硝酸、盐酸、磷酸、硼酸等
氯碱类	烧碱、氯气、纯碱、漂白粉等
化肥类	氮肥、磷肥、钾肥、复合肥料
无机精细化学品类	无机盐、试剂、助剂、添加剂等
石油炼制品类	汽油、煤油、柴油、润滑油
石油化工产品类	有机原料(有机酸、酯、醚、酮、醛等)；三大合成材料(合成塑料及树脂、纤维、橡胶)
有机精细化学品类	染料、农药、医药、涂料、颜料、表面活性剂、化学助剂、感光材料、催化剂等
食品类	饮料、生物化学制品等
油脂类	油脂、肥皂、硬化油

由此可见，精细化学品属于化工产品中的一类，分为无机精细化学品和有机精细化学品。目前我国将精细化学品划分为 18 个产品类别：

①医药化工系统生产的药品(原药)；②农药；③涂料；④黏合剂；⑤染料和颜料；⑥表面活性剂及合成洗涤剂；⑦塑料、合成纤维和橡胶用助剂；⑧香料；⑨信息用化学品试剂(感光材料、磁记录材料)；⑩化学试剂和高纯物质；⑪食品和饲料添加剂；⑫石油用化学品；⑬造纸用化学品；⑭功能高分子材料；⑮化妆品；⑯催化剂；⑰生化酶；⑱无机精细化学品。到目前为止，对精细化学品的定义主要是从产品制造角度和技术经济角度来说明：凡具有专门功能，研究开发制造及应用技术密集度高，配方技术能决定产品性能，附加值高，收益大，批量小，品种多的化工产品，称为精细化学品(Fine Chemicals)。

精细化学品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，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，有时也称为专用化学品。前者具有特定应用性能、合成工艺中步骤繁多、反应复杂、产量小而产值高，例如医药、化学试剂等；后者应用范围广、产量大，如合成树脂、橡胶及纤维三大合成

材料等。

精细化学品具有：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附加价值率高等特点。因此需要不断进行新产品研发，而新产品研发离不开精细化学品的分析与检验。

### 1.1.2 分析与检验

#### (1) 分析与检验的含义

化工产品的质量检验指标有外观、颜色、粒度、晶型、黏度、水分、杂质含量等，产品质量通常以纯度或浓度表示；由于精细化学品的特点，其分析与检验除上述指标外，还需检测其主成分含量、基本性能，其质量通常以应用效果来衡量。

#### (2) 分析检验的内容及意义

精细化学品品种繁多，性质各异，几乎所有的产品都有自己的一套质量标准和分析测试方法。大体上涉及外观鉴别、熔(沸)点、溶解性、不溶物、pH值、色度、溶剂残留、干燥失重、灼烧残渣、有机挥发物、水分、折射率、透光率、比旋光度、有关物质检查(总有关物质、指定有关物质、有毒有害有关物质)、手性纯度、含量测定、砷汞等重金属(以铅计)。除此之外，还有许多针对某一特定产品的特殊要求。

分析检验对生产过程、产品流通、国际贸易等都具有重要作用。

在生产过程中，对原料、中间产物和产品进行及时、准确的分析检验，根据分析数据及时进行工艺调控，可使生产过程在最佳工艺条件下运行，确保生产优质、高产、低耗和安全；这时分析测试技术可提供快速的跟踪手段，保证生产的所有工序都处于正常状态。

由于生产方法、原料及产品的多样性和复杂性，对成品检验和产品流通领域的质量检验有更高要求。同一种产品可采用不同的原料或不同方法和工艺路线生产；不同厂家生产的产品由于原料和生产工艺条件不同，产品质量存在差异；一种产品有多种用途，不同用户对产品质量有不同要求，如磷酸氢钙可用作肥料、饲料和食品添加剂，还可作为牙膏的原料，用途不同，质量指标也不同。这些复杂因素要求国家技术管理部门制定出科学、实践和被认同的产品质量规格和相应的分析检验方法，即“产品标准”，用于产品的出厂检验、流通产品的质量检查和供需双方的仲裁分析等。这些标准也随着科学、社会经济的发展而不断更新，如GB/T 22400—2008《原料乳中三聚氰胺快速检测 液相色谱法》、SN/T 2611—2010《食品接触材料 木制品中游离甲醛的测定 气相色谱法》等，这些标准资料中的分析检验方法与化工产品的检验基本相同，但因试样来源和成分含量不同而需要不同的样品处理方法。

国家贸易中，进出口商品必须由国家质检总局根据实际需要和国际标准，制定进出口商品检验方法的技术规范和标准；实施检验的内容除主成分/活性物含量、水分、杂质、挥发物、外观形态、色泽、透明度/清晰度、气味、细度、密度、硬度、熔点/结晶点(凝固点、冰点)、沸点、折射率等理化指标外，还包括安全、卫生、健康、环境保护和防欺诈等要求。

在国际市场，产品检验标准的竞争日益激烈，它是更深层次、技术水平更高的竞争，各国都更加重视标准化和质量检验工作，如2008年6月欧盟实施的REACH(Registration,

Evaluation Authorization and Restriction of Chemicals) 法规指“化学品注册、评估、授权和限制”，是欧盟对进入其市场的所有化学品进行预防性管理的一项化学品管理法律，是真正的技术性贸易壁垒。我们要掌握国际贸易的法律法规，确保进出口商品质量检验的科学性和准确性，不断增强我国产品在国内外市场的竞争力和占有率，提高我国化工产品的精细化率。谁最先掌握了分析测试方法，并应用于精细化学品的生产，谁就可以抢占市场的制高点。对于一个企业而言，占领这个制高点的基础和保证是分析测试实验室的全面质量管理体系。

除了出厂产品的质量检验，分析测试还对新产品研发起着重要的指导作用。

新产品，特别是前瞻性化学品开发时，如果没有可靠的分析测试技术，我们甚至无法知道合成的是什么物质。

世界上没有 100% 纯的物质，杂质的零存在也是不可能的，对纯度的追求和对杂质的控制都是有一定限度的，这种限度取决于分析检验科学发展的阶段性水平。

科学技术的发展离不开分析检验，分析检验是科学技术的眼睛，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。

### (3) 常用技术

① 物理常数测定技术是快速检验产品质量的有效技术；

② 化学分析技术，测定常量组分准确、简便、迅速，相对误差千分之几；

③ 仪器分析技术，测定微量组分灵敏度高，在产品检验中应用最多的是光度法、电位分析法和色谱法。

## 1.2 精细化学品分析检验的基本程序

精细化学品成品、半成品和原材料的检测程序遵循化工产品检验的一般程序，见图 1-1。

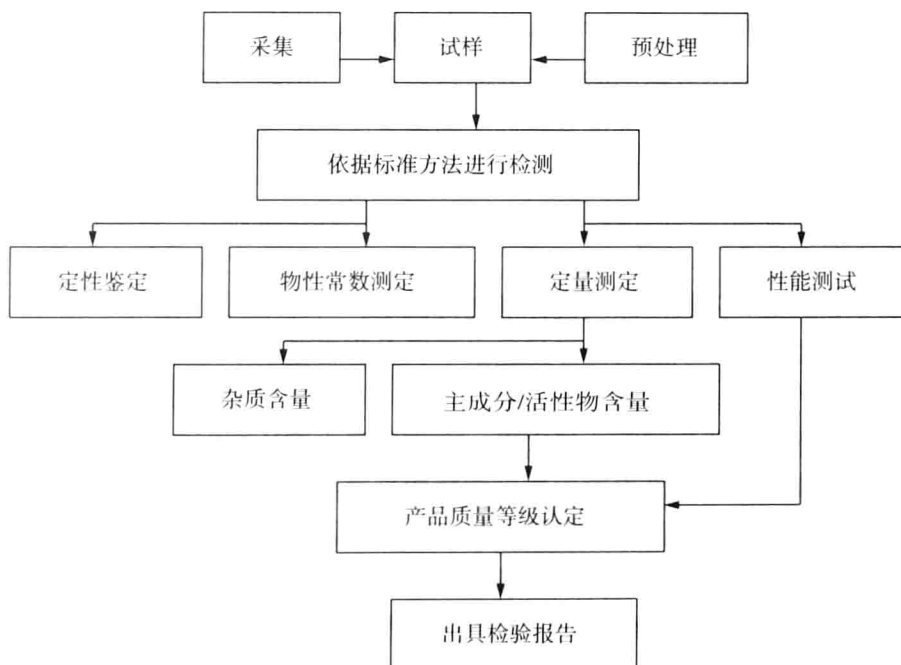


图 1-1 精细化学品检验基本程序

试样的采集(简称采样)，是指从待测的大批原始物料中取得少量样本作为分析试样

的过程。由于采集的样品只是原始物料的极少部分，所以正确采样是保证检测结果准确的前提，应遵循的原则是所采试样应具有充分代表性，即试样组成能代表全部物料的平均组成。

采样应根据不同状态(气、液、固)的样品，遵循代表性原则随机采样，按照标准采样法进行采样，确保样品是原始物料的代表(操作和处理过程中要防止样品变化和污染)，采取足够的样品量保证各项检测任务的完成，在满足需要前提下，样品数和样品量越少越好。

**试样的预处理** 即试样的制备，根据样品对象的不同，如环境、矿物岩石、生物、金属与合金或食品等而不同，具体内容应参阅相关的国家标准或行业标准进行。

**定性鉴定** 常用于检验其主成分是否与产品名称相符。常用方法是利用某些特征化学反应来鉴定。如：①有颜色变化；②有沉淀生成；③有气体生成；④焰色反应等。

**物理常数测定** 精细化学品检测中涉及的物理常数有密度、熔点、结晶点、浊点、克拉夫特点、沸点、折射率、旋光度、闪点等，这些物理常数有专门的测定方法与技术要求。如：GB/T 4472—2011；GB/T 7533—1993 等。

**定量测定** 常用方法有化学分析法和仪器分析法。定量分析的一般过程：①确定方法，准备样品与试剂；②准确计量分析试样；③定量测量；④计算与表述定量分析结果。定量分析结果的表述常用方法有质量分数( $w_B = m_B/m$ )，体积分数( $\varphi_B = V_B/V$ )和质量浓度( $\rho_B = m_B/V$ )。

由于分析测试面临的样品有不同的来源，经常可能是混合物。在进行反应进程的监控和反应动力学研究时，样品中可能含有原料、中间产物、副产物及产品等，这时样品的结构基本已知，最常用的方法是薄层色谱进行分离和定性鉴定。当需要测定具体含量时，可根据化合物的性质选用气相色谱或高效液相色谱，注意需要有标准样品进行对比。因为有时样品中可能含有无机盐，或者有的组分在该条件下未被分离或未被检出，因此，定量分析中采用归一化法得到的结果，仅是已分离出的各组分的相对含量，不能代表各组分的真实含量；要得到化合物的真实含量，应采用内标法或外标法测定。

**性能测试** 精细化学品的性能测试依据其品种、类型、应用的不同而异，如净洗剂需测定其净洗力，润湿剂需测定其润湿力，乳化剂则需测定其乳化力等，这些性能测试均有相应的国家标准或行业标准。

**产品质量等级认定** 依据产品质量标准进行认定。

①优等品：质量标准必须达到国际先进水平，实物质量水平与国际同类产品相比达到近五年内的先进水平。

②一等品：质量标准达到国际一般水平，实物质量水平达到国际同类产品一般水平。

③合格品：按我国现行标准组织生产，实物质量水平必须达到相应标准要求。

产品质量达不到现行标准的称为等外品或废品。

**出具检测报告** 检测报告必须写明样品名称，批号，采样时间、地点，分析时间，检测项目，检测结果及其平均值，分析者姓名，校验者姓名等信息，留有备份，以便查询和备案。



## 1.3 试样的采集与预处理

本节涉及的基本概念：

试样：从大量产品中按规定方法采取的具有代表性的一部分产品或样品。

采样：采取试样的过程，又叫抽样。

子样：采样前，应按规定将试样总量均匀地分散到各个采样部位，然后采样。从一个采样部位按规定采取的一份样即为子样。

总样：合并了所有子样的样品。

分析试样：经过一定处理后能供分析用的试样。

制样：制备分析试样的过程。

### 1.3.1 采样的目的及基本原则

在分析工作中，需要检验的物料常常是大量的，其组成却不一定都是较均匀的。检验分析时所称取的试样一般只有几克或更少，而分析结果又必须能代表全部物料的平均组成。因此，获取具有充分代表性的“平均样品”，就具有极重要的意义。

正确地采样(抽样)，是精细化学品检验员所必须掌握的基本技能之一。如果采样方法不正确，即使分析工作做得非常仔细和正确，也是毫无意义的。更有害的是，因提供的无代表性的分析数据，可能把不合格判定为合格或者把合格品判定为不合格品，其结果将直接给生产企业、用户和消费者带来难以估计的损失。因此，我们在采样中应遵循的基本原则，就是使采得的样品有充分的代表性。

### 1.3.2 采样的一般要求

国家标准 GB/T 6678—2003《化工产品采样总则》对化工产品的采样有关事宜做了原则上的规定。根据这些规定，进行化工产品采样的一般要求为：

#### (1) 制定采样方案

在进行化工产品采样前，必须制定采样方案。该方案至少包括的内容为：①确定总体物料的范围，即批量大小；②确定采样单元，即瓶、桶、箱、罐或是特定的时间间隔(对流动物料)；③确定样品数、样品量和采样部位；④规定采样操作方法和采样工具；⑤规定样品的制备方法；⑥规定采样安全措施。

#### (2) 确定样品数和量的原则

在满足需要的前提下，样品数和样品量越少越好。

①样品数的确定：若设总件数(包装单位：箱、袋、盒、桶等)为  $N$ ，当  $N \leq 10$  时，逐件取样；当  $3 < N \leq 500$  时，按  $\sqrt{N} + 1$  随机取样；当  $N > 500$  时，按  $3 \times \sqrt[3]{N}$  随机取样。

②样品量的确定：样品量至少满足 3 次重复检测的需要；需留备查样品时，应满足备查样品的需要；采得的样品物料如需做制样处理时，应满足加工处理的需要。

### 1.3.3 采样容器、采样记录及样品保存的要求

#### (1) 对采样及盛样容器的要求

具有符合要求的盖、塞或阀门，使用前必须洗净、干燥；材质必须不与样品物质起化学反应，不能有渗透性；对光敏性物料，盛样容器应不透光，或在容器外罩避光塑料袋。

#### (2) 对采样记录及样品标签的要求



采样时，应记录被采物料的状况和采样操作，如物料的名称、来源、编号、数量、包装、采样部位、所采的样品数和样品量、采样日期、采样人姓名等。采样记录设计成表格，以便记录规整、方便。样品盛入容器后，随即在容器壁上贴上标签。标签内容包括：样品名称及编号，总体物批号及数量，生产单位，采样部位，采样日期，样品量，采样者等。

### (3)对样品保存的要求

产品采样方法标准或采样操作规程中都应规定样品的保存量(作为备查样)、保存环境、保存时间以及撤销方法等；剧毒和危险样品保存的撤销，除遵守一般规定外，还必须遵守毒物或危险化学品的有关规定。

#### 1.3.4 采样的注意事项

①化工产品种类繁多，采样条件千变万化。采样时应根据采样的基本原则和一般规定，按照实际情况选择最佳采样方案和采样技术。

②采样是一种和检验准确度有关的、技术性很强的工作。采样工作应由受过专门训练的人承担。

③采样前应对选用的采样方法和装置进行可行性实验，掌握采样操作技术。

④采样过程中应防止被采物料受到环境污染和变质。

⑤采样人员必须熟悉被采产品的特性和安全操作的有关知识和处理方法。

⑥采样时必须采取措施，严防爆炸、中毒、燃烧、腐蚀等事故的发生。

#### 1.3.5 采样方法与贮存

精细化工产品按物理形态主要分为液体和固体两种形态，其采样方法各有不同。另外，产品在包装前后，采样的方法也有所不同。

**组成比较均匀的物料**，如气体、液体和某些固体，**取样单元可以较小**。对于贮存于大容器(如贮气柜或槽)内的物料，因密度不同可能影响其均匀性时，应在上、中、下等不同处取部分试样混匀。对于水样，其代表性和可靠性取决于取样面和取样点的选择，也受水质和季节变化影响，应布点取样。对于含有悬浮物的液槽，应在不断搅拌下于不同深度取出若干份后混合，以补偿其不均匀性。分装在数量较大的小容器(如桶、袋或瓶)内的较均匀液体或粉状固体，可从总体中按有关标准规定随机抽取部分容器，从中取出部分试样后混匀。

液体试样采样器多为塑料或玻璃瓶，一般情况下两者均可使用。但当要检测试样中的**有机物时，宜选用玻璃器皿**；而要测定试样中微量的**金属元素时**，则宜选用**塑料取样器**，以减少容器吸附和产生微量待测组分的影响。

液体试样的化学组成容易发生变化，采样后应立即对其进行测试或采取适当保存措施，以防止或减少存放期间试样的变化。

**组成很不均匀的物料**，如煤炭、矿石、土壤等，颗粒大小、硬度、组成极不均匀。若是堆成锥形，应从底部周围几个对称点对顶点画线，再沿底线以均匀的间隔按一定数量的比例取样。对输送带运送的物料，可在不同横断面取若干份样品。

对于组成较均匀的样品，只要对样品稍加混合后取其一部分，即为试样。

粉末、小颗粒、小晶体和块状样品，可用采样勺或采样探子从物料的一定部位和一定方向，取部位样品或定向样品。每个采样单元中，所采的定向样品的部位、方向和数量依容器中物料的均匀程度确定。

在常温下为固体，当受热时易变成流动液体(但不改变其化学性质)的样品，可将盛样