

全国高等医药院校药类规划教材

理化检验

LiHua JianYan

董超宇 胡国强 主编



中国医药科技出版社

全国高等医药院校药类规划教材

理化检验

主 编 董超宇 胡国强

副主编 陆 阳 王北方

编写人员 (以姓氏笔画为序)

王北方 李 健 宋慧敏 赵 伟

陆 阳 胡国强 董超宇

中国医药科技出版社

内 容 提 要

《理化检验》是全国高等医药院校药学类规划教材之一。主要介绍了物理性能的常用检验方法、化学性质及成分的检验方法及实验 28 个。具有综合性、交叉性和实用性的特点。可作为高等医药院校医药、生物、化学、化工、环境、农林、分析等相关专业教材,也可供有关部门科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

理化检验/董超宇,胡国强主编. —北京:中国医药科技出版社,
2005.4

全国高等医药院校药学类规划教材

ISBN 7-5067-3196-7

I. 理... II. 董... III. 卫生检验—医学院校—教材
IV. R115

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 028258 号

美术编辑 陈君杞

责任校对 张学军

版式设计 郭小平

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲 22 号

邮编 100088

电话 010-62244206

网址 www.mpsky.com.cn

规格 787×1092mm $\frac{1}{16}$

印张 23 $\frac{1}{4}$

字数 498 千字

印数 1—5000

版次 2005 年 4 月第 1 版

印次 2005 年 4 月第 1 次印刷

印刷 廊坊市海翔印刷有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 7-5067-3196-7/G·0437

定价 38.00 元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

前 言

随着科学技术的发展,新的仪器、新的技术、新的分析方法不断出现,在生产和科学研究的许多领域中应用十分广泛,发挥着重要作用。现在,紫外可见分光光度计、红外分光光度计、原子吸收分光光度计、离子选择电极、极谱仪、气相和液相色谱仪、电泳仪、热分析仪、流动注射分析仪等已经在我国检测部门普遍使用。

本书包括各种应用广泛的理化检验方法,在编写上突出基础理论、实验技术和应用,同时也兼顾理化检验的系统性和新成果。介绍了物理性能的常用检验方法,化学性质及成分的检验方法,书后附有实验 28 个,使用人员可根据情况选做。

在编写过程中,尽量注意如下几点:

1. 力求贯彻少而精、简而明的原则。讲清楚基本概念,着重于各种方法的基本原理(包括仪器结构的基本原理)、特点及其一些应用。使学生能根据分析的目的和要求,方法的特点和应用范围,选择适宜的方法解决分析化学的问题。

2. 力求讲清楚仪器重要部件的定义、基本结构、作用(或用途)和特点。

3. 对于数学公式,力求讲清楚推导公式的前提、主要步骤和公式各项物理意义及其应用。

本书既考虑初参加化验工作人员所需要的基本知识和基本技能,也考虑已参加化验工作人员所需要的基本理论和现代分析技术的要求。通过本书的学习,可使化验工作人员既掌握化验分析的操作技能,又掌握基本原理;既懂理化检验要点,又懂得检验的操作,通过实践和学习,达到触类旁通的目的,起到举一反三的效果。

本书由董超宇、胡国强为主编,陆阳、王北方为副主编。编写分工如下:第一、七、十、二十、二十一、二十二章及实验由董超宇编写;第十五、十七、十八、十九章由胡国强编写;第十三、十四、十六章由陆阳编写;第三、四、五章由王北方编写;第二、六章由宋慧敏编写;第八、九章由赵伟编写;第十一、十二章由李健编写。

本书在编写过程中得到开封大学、河南大学、郑州大学、河南省信阳农专、洛阳大学、河南医药技师学院、开封市质量技术监督检验测试中心领

导、老师的大力支持和帮助；并参考与引用众多作者的专著及期刊文献，在此一并表示衷心的感谢。

限于编者水平，书中缺点和错误在所难免，敬请广大读者批评指正。

编 者

2005 年 1 月

目录

第一章 绪论	(1)
第一节 理化检验的内容和分类	(1)
第二节 理化检验的特点和局限性	(4)
第三节 理化检验在化学研究中的作用	(5)
第四节 理化检验的发展趋势	(5)
第五节 理化检验在商品检验中的作用	(6)
第二章 物理性能的检验	(7)
第一节 密度的测定	(7)
第二节 熔点的测定	(12)
第三节 结晶点和凝固点的测定	(17)
第四节 沸点和沸程、馏程的测定	(22)
第五节 黏度的测定	(29)
第六节 折光率的测定	(39)
第七节 旋光度的测定	(41)
第三章 光学分析法	(45)
第一节 光学分析法的分类	(45)
第二节 原子光谱和分子光谱	(46)
第四章 发射光谱分析法	(48)
第一节 概述	(48)
第二节 发射光谱分析的基本原理	(49)
第三节 发射光谱分析的主要仪器	(51)
第四节 发射光谱的分析方法	(59)
第五节 发射光谱分析的操作安全	(63)
第五章 原子吸收分光光度法	(66)
第一节 概述	(66)
第二节 原子吸收法工作原理和特点	(67)
第三节 原子吸收法的分析方法	(68)
第四节 工作曲线弯曲的原因	(69)
第五节 分析原理名词解释	(70)

第六节	原子吸收分光光度法的分类和仪器结构	(72)
第七节	测定所受干扰和消除方法	(75)
第八节	工作条件的选择和测定方法	(76)
第九节	仪器常见故障及排除方法	(81)
第十节	原子吸收分光光度计的一般使用方法及安全防护	(82)
第六章	原子荧光光度法	(84)
第七章	红外光谱	(86)
第一节	红外光谱的基本原理	(86)
第二节	红外分光光度计和傅立叶变换	(88)
第三节	试样的制备	(90)
第四节	红外光谱图	(92)
第八章	吸光光度分析法	(97)
第一节	基本原理	(97)
第二节	分光光度计的构造	(102)
第三节	常用的分光光度计	(106)
第四节	目视比色与光电比色法	(113)
第九章	核磁共振和顺磁共振波谱法	(116)
第一节	基本原理	(116)
第二节	核磁共振波谱仪	(119)
第三节	化学位移和核磁共振图谱	(121)
第四节	自旋偶合及自旋裂分	(125)
第五节	核磁共振波谱的应用	(128)
第六节	顺磁共振波谱法	(132)
第十章	电化学分析法导论	(135)
第一节	化学电池	(136)
第二节	相间电位	(138)
第三节	电池电动势	(140)
第四节	电极电位	(142)
第五节	电极电位与浓度的关系	(143)
第六节	极化和超电位	(144)
第十一章	电导分析法	(147)
第一节	基本原理	(147)
第二节	电导的测量	(150)
第三节	电导法的应用	(152)
第十二章	电位分析法	(155)
第一节	概述	(155)
第二节	参比电极	(156)
第三节	指示电极	(159)

第四节	离子选择性电极的特性参数	(173)
第五节	电位测量仪器	(175)
第六节	直接电位法	(178)
第七节	电位滴定法	(182)
第十三章	电解分析法	(186)
第一节	电解分析法基本原理	(186)
第二节	电解分析法	(189)
第十四章	库仑分析法	(192)
第一节	电解分析法	(192)
第二节	库仑分析法	(195)
第十五章	气相色谱法	(200)
第一节	色谱法概述	(200)
第二节	色谱分析原理	(201)
第三节	气相色谱仪	(202)
第四节	气相色谱检测器	(204)
第五节	气相色谱法基本理论	(209)
第六节	固定相及其选择	(212)
第七节	填充色谱柱的制备	(215)
第八节	毛细管色谱柱	(218)
第九节	色谱柱的老化和复活	(221)
第十节	气相色谱仪的构造及国产气相色谱仪简介	(222)
第十一节	气相色谱仪的操作	(229)
第十二节	气相色谱分离条件的选择	(234)
第十三节	气相色谱定性与定量分析	(237)
第十四节	气相色谱-质谱联用分析 (GC-MS)	(244)
第十五节	气相色谱法最新 (近期) 发展	(245)
第十六章	液相色谱法	(247)
第一节	液相色谱发展简介	(247)
第二节	高压液相色谱法的特点	(248)
第三节	液相色谱的基本原理	(249)
第四节	高压液相色谱的装置	(252)
第五节	液相色谱的分类及固定相和流动相的选择	(261)
第六节	样品的衍生化	(268)
第七节	微柱液相色谱	(271)
第八节	液相色谱的进展	(272)
第九节	液相色谱的操作技术	(273)
第十七章	薄层色谱法	(275)
第一节	薄层色谱法的原理	(275)

第二节	薄层色谱法的基本技术	(279)
第三节	薄层色谱的定性定量方法	(284)
第四节	高效薄层色谱法	(287)
第五节	薄层色谱法的应用	(287)
第十八章	超临界流体色谱分析 (SFC)	(289)
第一节	超临界流体色谱分析简介	(289)
第二节	超临界流体色谱的应用和仪器简介	(291)
第十九章	质谱分析法	(294)
第一节	质谱仪	(294)
第二节	质谱与分子结构的关系	(296)
第三节	质谱法的应用	(299)
第二十章	热分析	(302)
第一节	热重法 (TG)	(302)
第二节	差热分析 (DTA)	(304)
第三节	差示扫描量热法 (DSC)	(306)
第四节	热分析技术的应用	(307)
第二十一章	电泳法	(308)
第一节	基本原理	(308)
第二节	影响电泳的因素	(309)
第三节	纸电泳和醋酸纤维薄膜电泳	(310)
第四节	聚丙烯酰胺凝胶电泳	(311)
第五节	等电点聚焦电泳	(313)
第六节	高效毛细管电泳	(313)
第七节	HPCE 的应用	(315)
第二十二章	流动注射分析	(317)
第一节	FIA 基本原理	(318)
第二节	FIA 仪器的基本装置	(320)
实验		(322)
实验一	水中痕量铅、锌和镉的测定	(322)
实验二	原子吸收分光光度法测水样中铜	(323)
实验三	邻菲罗啉法测定水中微量铁	(326)
实验四	8-羟基喹啉法测定水中的铝	(327)
实验五	磷钼蓝法测定水中的磷酸盐	(330)
实验六	变色酸法测定乙醇中的甲醇	(331)
实验七	水中挥发性酚的测定	(333)
实验八	碲与铋二组分同时测定	(335)
实验九	紫外分光光度法对芳香族化合物的测定	(335)
实验十	清凉饮料中糖精钠的测定	(336)

实验十一	磷脂中微量砷的测定·····	(337)
实验十二	啤酒中 5 种醛类化合物的测定·····	(337)
实验十三	海水、自来水中氯的测定·····	(338)
实验十四	对硝基甲苯的气相色谱分析·····	(338)
实验十五	毛细色谱法测定苯乙烯纯度·····	(341)
实验十六	工业碳四组成的气相色谱分析·····	(342)
实验十七	气相色谱法测定微量水·····	(345)
实验十八	农药及除草剂的 GC 应用·····	(346)
实验十九	水及食油样品中倍硫磷的残留量测定·····	(349)
实验二十	饮料、酱油、醋中对羟基苯甲酸酯的测定·····	(349)
实验二十一	肉类食品中胆固醇的测定·····	(350)
实验二十二	实验对氨基苯磺酸中苯胺的测定·····	(350)
实验二十三	高效液相色谱法测定工业废水中的烷基苯磺酸钠·····	(351)
实验二十四	面粉中过氧化苯甲酰的测定·····	(352)
实验二十五	食品中维生素 B ₂ 的测定·····	(352)
实验二十六	小麦、绿豆中痕量锰的测定·····	(353)
实验二十七	食盐、饲料和海带中微量碘的测定·····	(353)
实验二十八	矿泉水中锶的测定·····	(354)
参考文献	·····	(355)

绪 论

分析化学是研究物质的组成、状态、结构和测定有关成分的科学。分析化学分为化学分析和理化分析。以物质的化学反应为基础的分析方法,称为化学分析法。它用于物质成分的定性和定量分析,是分析化学的基础。以物质的物理和物理化学性质为基础的分析方法,称为物理和物理化学分析法,简称为理化检验。理化检验不仅用于成分的定性和定量分析,还用于物质的状态、结构和价态分析。它既是分析测试的重要方法,又是化学研究的重要手段,是分析化学的发展方向。

第一节 理化检验的内容和分类

理化检验包括物质物理性能检验和化学性质及成分检验两大类。

根据原理不同,化学性质及成分检验又可以分为光学分析法、电化学分析法、色谱分析法及其他仪器分析法。

一、光学分析法

根据物质对光的发射、吸收和散射等性质而建立起来的分析方法,称为光学分析法。根据光谱性质的不同,又可分为以下多种方法。

1. 原子光谱法 是根据原子外层电子跃迁所产生的光谱而进行分析的方法,包括原子发射、原子吸收和原子荧光光谱法。

(1) 原子发射光谱法 是基于物质受热或电激发后所发射的特征光谱而进行分析的方法。由特征谱线的波长可作定性分析;由谱线强度可作定量分析。主要用于元素的定性和定量分析。

(2) 原子吸收光谱法 是基于物质所产生的原子蒸气对特定谱线的吸收作用而进行分析的方法。主要用于元素的定量分析。

(3) 原子荧光光谱法 是基于测量物质的原子蒸气在辐射能激发下所产生的荧光发射强度而进行分析的方法。主要用于元素的定量分析。

2. 分子光谱法 是根据分子的转动、振动或分子中电子能级跃迁所产生的光谱而进行分析的方法。包括红外吸收、可见和紫外吸收、分子荧光和拉曼散射光谱法等方法。

(1) 红外吸收光谱法 此法基于物质对红外区域辐射的吸收。由于对红外辐射的吸

收,只会引起分子振动能级和转动能级的跃迁,因此,所得的光谱称为振动、转动光谱或红外吸收光谱。主要用于有机化合物的成分分析和结构分析。

(2) 可见和紫外吸收光谱法 此法基于物质对可见和紫外区域辐射的吸收。由于对辐射的吸收,多原子分子的价电子发生跃迁而产生的可见和紫外吸收光谱,又称为分子电子光谱。广泛用于无机物和有机物的定性、定量分析,以及络合物的组成和稳定常数的测定。

(3) 分子荧光光谱法 此法基于测量物质被电磁辐射所激发而再发射出波长相同或不同的特征辐射,即荧光强度。主要用于有机物和无机物的定量测定,对于生化物质的测定具有广泛的应用前景。

(4) 拉曼散射光谱法 以很强的单色照射样品,在与光源成直角方向可获得散射辐射,即拉曼光谱。由拉曼散射的波长,可作定性或结构分析;由拉曼散射的强度,可作定量分析。它是一种有机化合物结构分析和无机化合物晶体结构分析的重要手段。

3. X射线光谱法 是根据原子内层电子的跃迁所产生的光谱而进行分析的方法。包括X射线发射、吸收、衍射和荧光法及电子探针等。

(1) X射线发射、吸收和衍射光谱法 是分别基于物质对X射线发射、吸收和衍射而进行的分析方法。前两者主要用于元素的定性和定量分析,后者主要用于晶体的结构分析。

(2) X射线荧光光谱法 物质在X射线照射下,能形成二级X射线即X射线荧光。X射线荧光的波长决定于元素的原子序数。原子序数越大,其发射出来的X射线荧光的波长越短。由其波长可作定性分析;由其强度可作定量分析。

(3) 电子探针X射线显微分析法 是一种以细电子束(探针)为激发源来进行X射线光谱分析的微区分析方法。当用电子束在样品上扫描时,一部分电子轰击样品表面使其激发出的特征X射线,另一部分电子向样品穿透,也可以被样品表面的原子所散射。因此根据所产生的X射线图像、吸收电子图像和散射电子图像的变化,可直接显示出样品表面1平方微米至几平方毫米范围内元素的分布状态。此法主要用于物质的组成、状态和结构的分析。

4. 核磁共振和顺磁共振波谱法 在强磁场的作用下,原子核或未配对电子的能量由于其本身所具有的磁性,将分裂成两个或两个以上量子化的能级。原子核或未配对电子吸收适当频率的电磁辐射后,可在所产生的磁诱导能级间发生跃迁,根据其吸收光谱而进行分析的方法,称为核磁共振或顺磁共振波谱法。前者主要用于有机物和无机物的结构分析,后者主要用于研究具有未配对电子的化合物,如自由基等的结构。

二、电化学分析法

这类方法是根据物质的电化学性质而进行分析的方法。通常将试液作为电池的一个组成部分,通过测量该电池的某些电参数[如电阻(电导)、电位、电流、电量或电流、电压曲线等]进行检出和测定的方法。由测量的电参数的不同,又分为以下5种方法。

1. 电导分析 基于测量电池的电导进行分析的方法。根据测定的形式不同,可分为以下两种方法。

(1) 直接电导分析法 是将试液放在由固定面积、固定距离的两个铂电极所构成的电导池中,通过测量试液的电导以测定有关组分的方法。

(2) 电导滴定法 是利用滴定反应(生成水、沉淀或其他难离解化合物)所引起的溶液电导的变化以确定化学反应计量的方法。

2. 电位分析法

(1) 直接电位分析法 基于测量电池的电动势(或电极电位)与被测物质的活度(浓度)的关系进行分析的方法。

(2) 电位滴定法 根据滴定过程中电极电位变化来确定化学计量点的方法。

3. 电解分析法 基于对试液进行电解,使被测成分析出,并称其重量而进行分析的方法。电解分析法又可分为控制电位电解分析法和恒电流电解分析法。

4. 库仑分析法 是基于测量在电流效率为 100% 的条件下电解时所消耗的电量。库仑分析法可分为控制电位库仑分析法和库仑滴定法(控制电流库仑分析法)。

(1) 控制电位库仑分析法 控制工作电极的电位为恒定值,以 100% 的电流效率电解试液,使产生某一试剂与被测物质进行定量的化学反应,反应的计量点可借助于指示剂或电化学方法来确定。

(2) 库仑滴定法 由达到计量点时所消耗的电量求得被测物质含量的方法。

5. 伏安法和极谱法 是基于测量用微电极电解所得的电流电压曲线而进行分析的方法,如果所用的微电极为液态电极,如滴汞电极或其他表面周期性更新的液体电极,称为极谱法。如果用固体电极或表面静止的电极,如铂电极、悬汞电极或汞膜电极,则称为伏安法。

三、色谱分析法

是根据混合物各组分在互不相溶的两相(固定相和流动相)中吸附能力、分配系数或其他亲和作用性能的差异而进行分离和测定的方法。

按两相所处的状态可分为:用气体作为流动相的气相色谱、用液体作为流动相的液相色谱。按分离过程的作用原理可分为:吸附色谱、分配色谱、离子交换色谱和排阻色谱等。

四、其他仪器分析法

1. 质谱法 试样在离子源中电离后,产生的各种正离子在加速电场作用下,形成离子束射入质量分析器,在质量分析器中,由于受磁场的作用,入射的离子按其质荷比(m/e)的大小分离,然后记录其质谱图。由谱线的位置及相应离子的电荷数,可进行定性分析;由谱线的黑度或相应离子流的相对强度,可进行定量分析。

2. 热分析 根据物质的热性质来进行分析的方法。主要有热重量分析法、差热分析法和差示扫描量热法。

3. 电泳法 基于各种带电粒子的电泳速度不同,用于各种物质的分离、分析,这种方法称为电泳法。主要有显微电泳、自由界面电泳及区带电泳。

4. 流动注射分析 在物理和化学非平衡的动态条件下进行测定的一类分析方法。

流动注射分析法作为一种高效率的非色谱分离手段与多种分析仪器联用,显著提高了许多分析方法的选择性与灵敏度。

5. 放射化学分析法 根据放射性同位素的性质来进行分析的方法。包括同位素稀释法、放射性滴定法和活化分析法等。

第二节 理化检验的特点和局限性

一、理化检验的特点

1. 灵敏度高 灵敏度比化学分析的灵敏度高得多。其检出限量均在 ppm 级,有的达 ppb 级,甚至 ppt 级,适于微量、痕量和超量成分的测定。这对于高纯材料和生命科学中的痕量物质的分析和环境监测具有重要意义。

2. 操作简便,分析速度快 绝大多数是将被测组分的浓度变化或物理性质变化转变为某种电性能(如电阻、电导、电位、电流等),易于实现自动化和计算机化。试样经预处理后,仅需数十秒或数分钟即可得出分析结果。而且不少仪器可一次同时测定多种组分。例如光电直读发射光谱分析法,在 1~2min 内可同时测定 20~30 种元素,因而单项分析所需的时间就更短了。

3. 选择性好 一般理化检验的选择性比化学分析好得多。许多理化检验法可通过调整到适当的条件,使测定组分不受一些共存的其他组分的干扰,提高分析的选择性。因此,应用理化检验方法测定复杂组分的试样往往是很方便的。但不是说所有的理化检验方法均具有很好的选择性,往往在测定之前需要预分离或预掩蔽。

4. 所需试样量少 不少理化检验方法需要试样量只有数微克或数微升,甚至可在不损坏试样的情况下分析(即无损分析)。这对于高纯物质的测定和文物的分析具有重要的意义。

5. 用途广 化学分析一般只能测定某种组分在整个试样中所占的百分率,而不能确定该组分在试样中的存在状态和分布情况。理化检验不仅可用于定性分析、定量分析、结构分析、价态分析、状态分析、物相分析和微区分析,还可用于测定络合物的络合比、稳定常数、酸和碱的电离常数、难溶化合物的溶度积常数,以及反应速率常数等有关热力学和动力学常数,当然,并不是说任何一种理化检验方法均能完成上述各种任务,就一种方法而言,往往只能完成其中的一种或数种任务。

二、理化检验的局限性

1. 仪器结构比较复杂,价格比较昂贵,而且有些仪器需要恒温、恒湿环境才能正常工作,因此限制其推广和应用。

2. 理化检验是一种相对的分析方法,一般需要用化学纯品作标准对照,而这些化学纯品的成分通常需要化学分析方法来确定。

3. 相对误差较大 化学分析一般用于常量和高含量成分的分析,准确度高,其相对误差小至千分之几。而多数理化检验方法的相对误差均较大,一般为 5%,有的达

10% ~ 20%。

许多理化检验方法不适用于常量和高含量成分的测定，但也有一些理化检验方法的准确度是很高的。例如电解分析法和库仑分析法，其相对误差可小至 0.02%；电位滴定法的相对误差可小于 0.2%。

第三节 理化检验在化学研究中的作用

理化检验不仅是分析测试的重要方法，也是化学研究的重要手段。化学学科各个领域，如无机化学、有机化学、物理化学和放射化学等的发展，这些均与现代仪器分析方法的应用是分不开的。现代仪器分析方法在化学学科各领域和科学研究工作中，就如同医务工作者的听诊器和诊断器，起到检察和确诊的作用。红外光谱、紫外光谱、核磁共振谱和质谱统称为“四大谱”，在研究有机化合物的组成和结构中，已经成为有力的工具。利用红外光谱分析，可以确定化合物中某些基团的存在；通过紫外光谱分析可以确定化合物中有无共轭体系；应用 H - 核磁共振谱分析可以确定化合物中氢原子的数目、自由基及其结合方式；运用质谱分析可以确定化合物的结构等。顺磁共振谱法可用于自由基及高分子聚合反应机理的研究；X 射线衍射法可用于测定晶体结构。电化学分析法，如电位分析法和极谱法可用于化学热力学和动力学等的研究。电位分析法被用于研究电极过程以及与电极过程有关的化学反应，如络合反应、催化反应、质子化反应和吸附现象等。例如，通过对络合物的极谱研究，可以测定络合物的稳定常数和焓、熵、自由能变化等热力学函数，可以测定络合物离解速率常数和反应活化能，并可探讨络合反应和电极反应的机理。又如，通过吸附现象的研究，可以测定吸附量、吸附系数、吸引因数、吸附自由能和吸附粒子的大小等。

理化检验与其他化学学科是相辅相成、互相促进的。随着物理化学、有机化学、无机化学等学科的发展，提出许多现代的新方法和新技术，大大丰富了理化检验的内容，理化检验本身的发展和广泛应用，又推动了物理化学、有机化学和无机化学等的迅速发展。理化检验作为化学研究的有力手段，正日益引起化学工作者的兴趣和重视。

第四节 理化检验的发展趋势

现代分析化学的任务不仅要物质的成分分析，而且要做物质的状态、价态、结构、微粒、微区、薄层和纵深分析。当前，经典的化学分析法也向着仪器化、自动化发展。因此，理化检验已经成为现代分析化学的重要组成部分，其发展趋势是：

(1) 近代物理学、数学、电子学以及近代激光技术、微波技术、真空技术、分子束、傅立叶变换和电子计算机的急剧发展，革新了原有的理化分析方法，发展了一批新的理化分析方法。红外光谱因激光红外光源、干涉仪及快速傅立叶变换技术的应用，使可测样品量由原先的毫克级灵敏至毫微克级。电子光谱与计算机联用，发展了多种分辨率高、性能优良的多用和专用电子光谱仪。核磁共振因超导和快速傅立叶变换等技术的应用，可测定分子量达数十万的生物高分子和大数目的元素。X 射线荧光光谱因用了半

导体检测器和能量散射技术,发展到能同时快速测定数十种元素达微微克/厘米²的灵敏度和良好的分辨率。X射线激光器的实现可改变目前X射线结构分析,而使人们通过立体全息X射线照像能直接看到晶体结构中原子的空间排列。顺磁共振因发展了电子-电子双共振和电子-核双共振技术,使谱图简化,能用于多自由基体系的分析。

(2) 电子计算机在理化检验中广泛应用,分析仪器实现自动化、数字化和计算机化。用电子计算机能提高灵敏度、准确度和分辨率,能进行背景扣除、数据处理、显示结果、自动检索、图形辨认以及复杂的数学运算,并广泛用于自动连续分析。例如,每批连续测定36个和40个样品的极谱或溶出分析和选择性电极的自动分析器;每批能连续测定25个样品的原子吸收光谱分析器和半个小时内可连续分析31个血样项目的临床分析器等。

(3) 检验方法相互渗透,不同检验方法联用。具有分离能力的气相色谱与定性鉴定能力的质谱、光谱、核磁等联用,能快速剖析复杂样品。高压液相色谱除与紫外联用外,还可与等离子体、荧光和库仑、电导、放射法、安培法、极谱法等联用。

(4) 检验方法的发展与新兴学科和社会实践紧密结合,相互促进发展。环境科学、宇宙科学、临床化学和能源、化工、生化等领域的发展,推动新的分析方法的发展。

(5) 理化检验基础理论和技术不断深入研究,将推动分析化学的发展。各种检验方法之间有内在的结构联系,从微观结构理论能够解释各种检验方法,因而预测各检验方法的特点、性能以及分析应用的可能性,并能发展一些新检验方法。

综上所述,展望现代分析化学,必将全面发展到从宏观到微观,从总体到微区,从表面、薄层到内部结构,从静止态到运动态追踪观察微观单个原子动力学反应的过程,均能进行分析检测;必将适应工农业和科学技术现代化的发展而达到快速自动、准确灵敏、简便多效及适应特殊分析的要求,使分析化学起到科学技术现代化先行军的作用。

第五节 理化检验在商品检验中的作用

由于我国社会主义市场经济处于初级阶段,还不完善,一些不法企业和个体商贩生产、销售掺伪商品,有鉴于此,对商品检验和分析的项目越来越多,对项目检测要求的准确度和灵敏度越来越高,越来越向微量分析发展。

商品分析由原来的经验分析、定性分析发展到定量分析;由宏观分析发展到微观分析;由物质水平检测到分子水平检测;由含量百分比检测到百万或亿万分之几检测;由化学分析发展到现代仪器分析,现代理化检验技术的应用不但提高了商品分析的效能,而且加深了对商品内在组分的认识,现代检验技术和仪器,如紫外-可见分光光度计,红外分光光度计,原子吸收分光光度计,感应耦合等离子体原子发射光谱仪,荧光分析仪,高效液相色谱仪,氨基酸自动分析仪,薄层扫描仪,离子选择电极,极谱仪,气相色谱仪,色质联用仪,电泳仪,热分析仪,流动注射分析仪等已经在我国商品检验部门普遍地使用了。为了适应商品发展和质量监控的需要,为作好商品价值评价,防治伪劣商品危害,保障人民生活,制止伪劣商品扰乱市场,维护消费者权益,理化检验都将发挥巨大作用。

物理性能的检验

任何化学物质都有一定的化学性质和物理性质，对于纯净的化学物质，其物理性质中有些项目的值是常数，如密度、熔点、结晶点或凝固点、沸点、闪点、黏度和折光率等，通常称之为物理常数。

在化工分析中测定物质的物理常数，是很重要的内容。

第一节 密度的测定

一、概述

在化工分析操作中通常是指固、液体密度的测定。纯净的化学物质的密度可通过查阅有关资料而得知其数值，一般化学物质的相对密度可用测量手段求得。

1. 密度的定义 固体物质和液体物质的密度是指在规定温度下单位体积物质的质量。

2. 相对密度的定义 固体物质和液体物质的相对密度是在 20℃ 时，一定体积的物质与等体积纯水 4℃ 时的质量之比，符号为 d_4^{20} ，无量纲。

$$d_4^{20} = \frac{\text{一定体积物质在 } 20^\circ\text{C 的质量}}{\text{等体积水在 } 4^\circ\text{C 的质量}}$$

密度的单位与符号按 GB3100-32《国际单位制及其应用》的规定，见表 2-1。

表 2-1 相对密度的单位和符号

量	符号	单位名称	单位符号	注 释
密 度	ρ	千克每立方米	kg/m^3	或用其分数单位， g/dm^3
相对密度	d			无量纲
质 量	m	千克	kg	或用其分数单位， g
体 积	V	立方米	m^3	或用其分数单位， cm^3 或用 SI 并用单位， L ， ml
热力学温度	T	开 [尔文]	K	或用摄氏温度 t ($^\circ\text{C}$)