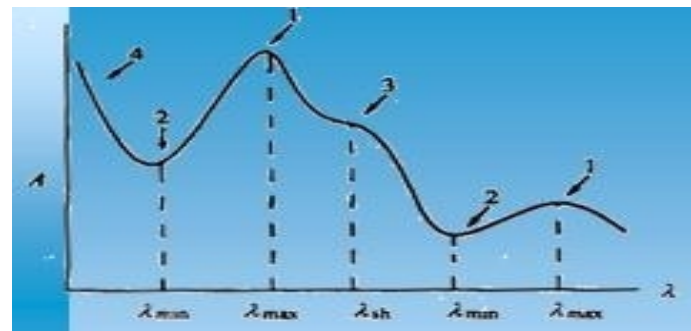


关于现代仪器分析

紫外-可见吸收光谱法

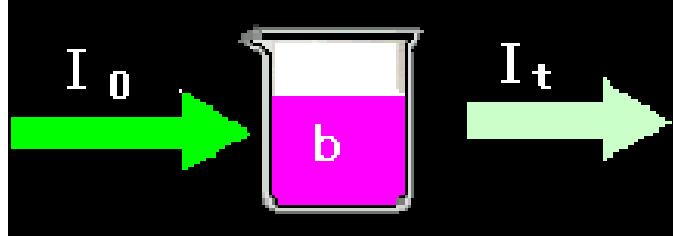
• 根据物质分子对200~760nm这一范围的光的吸收特性建立起来的定性、定量和结构分析的方法。

- **吸收峰**：曲线上吸光度最大的地方，它所对应的波长称最大吸收波长（ λ_{\max} ）。
- **谷**：峰与峰之间吸光度最小的部位，该处的波长称最小吸收波长（ λ_{\min} ）。
- **肩峰**（shoulder peak）：在一个吸收峰旁边产生的一个曲折。
- **末端吸收**（end absorption）：只在图谱短波端呈现强吸收而不成峰形的部分。



1. 吸收峰 2. 谷 3. 肩峰 4. 末端吸收

朗伯一比耳定律数学表达式



$$A = -\lg (I_t/I_0) = \epsilon b c$$

式中 A : 吸光度; 描述溶液对光的吸收程度;

b : 液层厚度(光程长度), 通常以cm为单位;

c : 溶液的摩尔浓度, 单位 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$;

ϵ : 摩尔吸光系数, 单位 $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$;

透光率 T : 描述入射光透过溶液的程度:

$$T = I_t / I_0$$

吸光度 A 与透光率 T 的关系:

$$A = -\lg T$$

吸光系数的几种表示方法

$$A = \varepsilon b C$$

$$A = abC$$

$$A = E_{1\text{cm}}^{1\%} bC$$

C --- mol / L

C --- g / L

C --- g / 100 mL

ε --- 摩尔吸光系数

a --- 吸光系数

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ --- 比吸光系数

$L \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$

$L \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$

$100\text{mL} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$

ε 、 a 、 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 之间的相互换算：

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} = 10 a = 10 \frac{\varepsilon}{M}$$

- 摩尔吸光系数 ε 在数值上等于浓度为 1 mol/L、液层厚度为 1cm 时该溶液在某一波长下的吸光度；
- 吸光系数 a ($L \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$) 相当于浓度为 1 g/L、液层厚度为 1cm 时该溶液在某一波长下的吸光度；
- 比吸光系数指物质的质量分数为 1%，液层厚度为 1cm 时该溶液在某一波长下的吸光度。

某一溶液在测量波长下透光率值为0.100.

(a)该溶液的吸光度是多少?

(b)如果该溶液的浓度是0.02g/L,并在1CM的比色皿中测量透光率,在测定波长下,该化合物的比吸收系数是多少?

(c)如果该化合物的分子量为100,它的摩尔吸光系数是多少?

(d)计算该溶液在5CM的比色皿中所预期的透光度?

解: (a) $A = \lg \frac{1}{T} = \lg \frac{100}{10} = 1$

(b) $C = 2 \times 10^{-3} \text{ g} / 100 \text{ ml}$ $E_{1\text{cm}}^{1\%} = \frac{1}{1 \times 2 \times 10^{-3}} = 500$

(c) $\epsilon = E_{1\text{cm}}^{1\%} \times \frac{M}{10} = 5 \times 10^3$

(d) $A' = 5 \times A = 5.00$ $T = 10^{-5}$

紫外—可见分光光度计基本组成



1. 光源

在整个紫外光区或可见光谱区可以发射连续光谱，具有足够的辐射强度、较好的稳定性、较长的使用寿命。

可见光区：钨灯作为光源，其辐射波长范围在350~1000 nm。

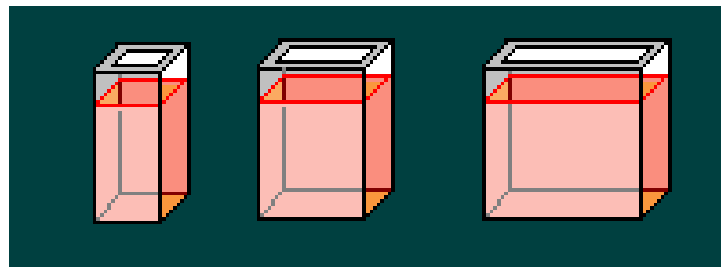
紫外区：氢、氘灯。发射160~375 nm的连续光谱。

2. 单色器

将光源发射的复合光分解成单色光并可从中选出一任波长单色光的光学系统。

3. 样品室

样品室放置各种类型的吸收池（比色皿）和相应的池架附件。吸收池主要有石英池和玻璃池两种。在紫外区须采用石英池，可见区一般用玻璃池。

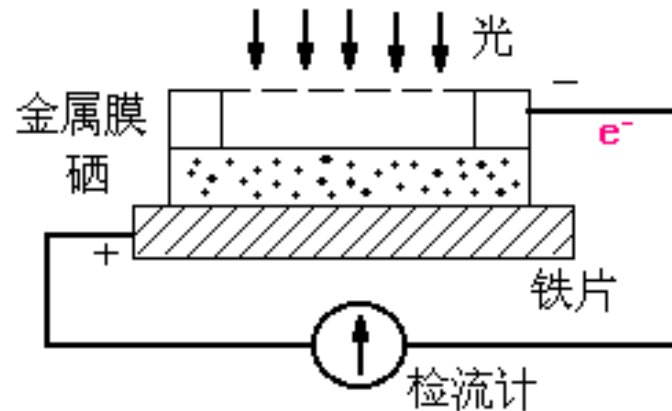


4. 检测器

利用光电效应将透过吸收池的光信号变成可测的电信号，常用的有光电池、光电管或光电倍增管。

5. 结果显示记录系统

检流计、数字显示、微机进行仪器自动控制和结果处理。



原子吸收光谱法定义：

根据蒸气相中被测元素的**基态原子**对其原子共振辐射的吸收强度来测定试样中被测元素的含量。

原子吸收与分子吸收

相同点：都属吸收光谱，遵守比尔定律。

不同点：吸光物质状态不同（分光光度法：溶液中的**分子或离子**；AAS:气态的**基态原子**）；分子吸收为**宽带吸收（带状光谱）**，而原子吸收为**锐线吸收（线光谱）**。

原子吸收分光光度计的主要部件及基本性能？

原子吸收分光光度计由**光源、原子化系统、分光系统和检测系统**四部分组成。

- 光源的功能是发射被测元素的特征共振辐射。
- 原子化系统的功能是提供能量，使试样干燥、蒸发和原子化。
- 分光系统的作用是将所需要的共振吸收线分离出来。
- 检测系统将光信号转换为电信号后进行显示和记录结果。

原子化系统

原子化器的功能是提供能量，使试样干燥、蒸发和原子化。入射光束在这里被基态原子吸收，因此也可把它视为“吸收池”。

常用的原子化器有火焰原子化器（原子化效率低）和非火焰原子化器（原子化效率较高）。相应的原子化方法有火焰原子化法和非火焰原子化法。

石墨炉原子化器结构（原子化效率高）

石墨炉的基本结构包括：石墨管、炉体（保护气系统）、电源等三部分组成。

一次分析过程是经历**干燥、灰化、原子化和净化**等四个阶段。

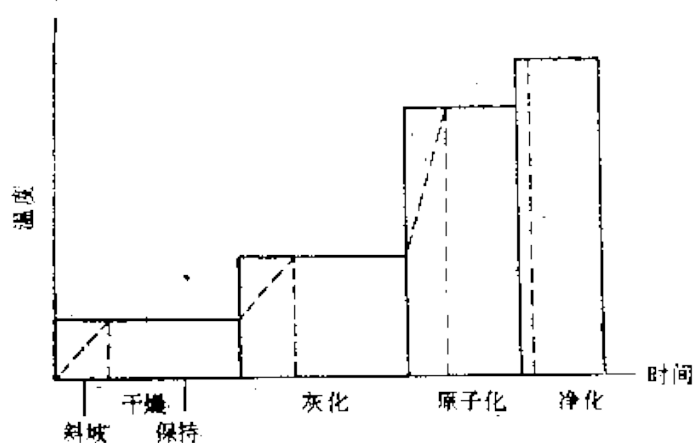


图3—19 原子化过程的升温程序

原子吸收光谱法的主要干扰有**物理干扰**、**化学干扰**、**电离干扰**、**光谱干扰**和**背景干扰**等。

色谱法的分类

按流动相所处的状态分类

气相色谱 —— 用气体作流动相

气—固色谱

气—液色谱

液相色谱 —— 用液体作流动相

液—固色谱

液—液色谱

超临界流体色谱

一、色谱流出曲线或色谱图

以检测器对组分的响应信号为纵坐标，流出时间(或流出体积)为横坐标作图所得的曲线，这种曲线即称为色谱流出曲线，也称色谱图。

$$R \text{---} f(t, V)$$

二、色谱流出曲线构成：由基线和色谱峰组成。

基线：指仅有流动相通过而没有待测物，检测器响应信号随流出时间的变化，稳定的基线应是一条水平直线。

色谱峰：在基线上突起的部分，它是由引入流动相中被测物引起的。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/267056012046010006>