

紫外分光光度计反射光谱法研究

董发昕, 王振军, 贾婴奇

(西北大学 化学系, 西安 710069)

摘要: 在紫外分光光度计上添置一个自制反射光谱法样品架, 利用反射光谱附件进行各种固体粉末样品测定。将样品粉末置于不锈钢薄板的圆孔槽内, 加盖一块石英片。将制得的样品架置于反射光谱光路中进行光谱测定。试验结果表明, 该方法简便快速, 并可回收测试样品, 对于昂贵样品更为适宜。

关键词: 紫外分光光度计; 反射光谱法; 粉末样品; 固体样品架

中图分类号: O657.32

文献标识码: A

文章编号: 1001-4020(2003)06-0319-02

STUDY ON THE UV-REFLECTION SPECTROPHOTOMETRY WITH POWDER SAMPLES

DONG Fa-xin, WANG Zhen-jun, JIA Ying-qi

(Dept. of Chemistry, Northwest University, Xi'an 710069, China)

Abstract: A self-made sample holder was used for powder samples in the UV-reflection spectrophotometric determinations. The sample holder was made of a stainless steel lamina having its dimension of 4cm×3cm×0.2cm. A small round hole with a diameter of 1cm and a depth of 0.1cm was bored at the center of the steel lamina. The sample powder was filled into the round cavity with its mass a little bit higher than the surface of the lamina, and then pressed with a quartz slice of dimension 4.5cm×3cm×0.2cm, to make the sample powder flat and tight. After the baseline correction with BaSO₄ was made the reflectance of the sample powder was measured by setting the sample holder in the light-path of the instrument. The aboved mentioned sample holder was designed especially as an accessory for Cary 300 UV-spectrophotometer. For instrument of other model. (e. g. Lambda 17 UV-spectrophotometer) sample holder of different size was designed. As shown by experimental results, the use of this sample holder made the UV-reflectance measurement much easier and convenient and it was much simpler than the conventional method of sampling by pressing into slices. Moreover those precious samples could be recovered easily after measurement.

Keywords: UV-Reflection-spectrophotometry; Reflectance; Powder sample; Self-made sample holder

紫外可见吸收光谱法是最早应用于有机结构分析的物理方法之一。由于紫外光谱法测量灵敏、准确度高、应用范围广。对全部金属元素和大部分非金属元素及其他化合物都能进行测量; 也能定性或定量测定大部分有机化合物。紫外光谱仪器价格便宜, 操作简便、快速, 易于普及推广。所以, 至今仍不失为有机化合物结构鉴定的重要工具^[1]。但紫外光谱仪在使用过程中也受到一定的限制, 样品必须配

制成稀溶液^[2]。对于难溶解的样品, 必须将其制成片状, 其制样过程较复杂。首先要找一个压片机, 将固体粉末压成片状。由于一般固体粉末粘度很小, 很难成形, 即使压成片稍不注意, 片又成粉末状。经多次试验, 自制固体粉末样品架, 很容易解决上述难题。为进行固体粉末测试提供了一项快速、简便的方法。

1 试验部分

1.1 仪器及主要工作参数

美国 P-E 公司 Lambda 17 紫外分光光度计

美国瓦里安公司 Carry 300 紫外分光光度计

收稿日期: 2002-05-29

作者简介: 董发昕(1958-), 男, 陕西人, 工程师, 研究方向为仪器分析。

紫外分光光度计工作参数:狭缝 2.0nm;扫描速度 $120\text{nm} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

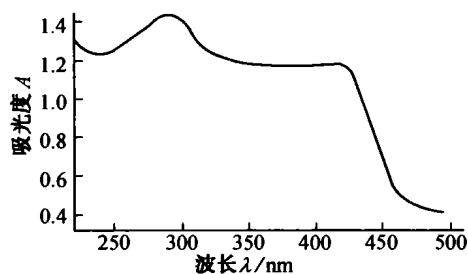
1.2 试验方法

称取约 0.1g 左右的固体试样,先用研钵将样品研细,将其粉末置于样品槽内,稍高于平面后,用石英玻片压平,以 BaSO_4 作参比扫描方式进行测定,得紫外光谱图。

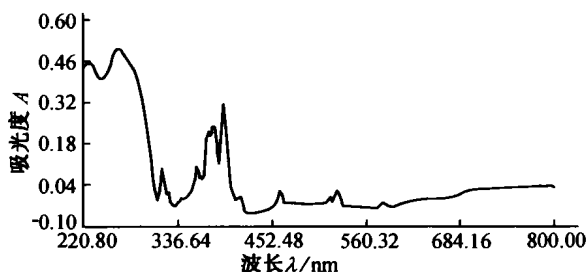
2 结果与讨论

2.1 定性分析

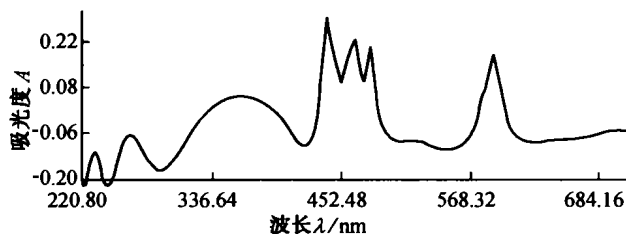
按测试条件进行扫描,测得光谱曲线,见图 1。



1,3-二甲基-3-苯乙烯基咪唑碘盐固体粉末
Reflection UV-absorption spectrum of 1,3-dimethyl-3-styryloimidazole iodide powder



氯化铕固体粉末
Reflection UV-absorption spectrum of europium chloride powder



氯化镨固体粉末
Reflection UV-absorption spectrum of praseodymium chloride powder

图 1 光谱图

Fig. 1 Reflection UV-absorption spectra

2.2 固体样品的制作

取 $4\text{cm} \times 3\text{cm} \times 0.2\text{cm}$ 不锈钢薄板一块,中心挖取 1cm 直径圆孔,其深度约 0.1cm。操作时注意,圆孔槽不能钻透,且要求磨光。不锈钢薄板也要求磨光,另配一块 $4.5\text{cm} \times 3\text{cm} \times 0.2\text{cm}$ 石英片一块,该固体样品架为瓦里安公司 Carry 300 型紫外分光光度计配制。

另取 $4\text{cm} \times 3\text{cm} \times 0.2\text{cm}$ 不锈钢薄板一块,在一边 2cm 处挖取 1cm 直径圆孔,圆孔槽同样不能钻透,不锈钢薄板要求磨光。该固体样品架为 P-E 公司 Lambda 17 型紫外分光光度计配套使用。测量固体粉末时,将样品粉末平铺于圆孔槽内,应稍高于板平面。这样便于石英片压平、压实粉末。盖上石英片放置一边。正式测样前,先将 BaSO_4 白板置于光路中,进行基线校正,此时的功能应选择固体反射光谱法。基线校正完毕,连同石英片一起将固体样品架置于光路中进行测量。

反射测量法主要用于食品(面粉、不透明果汁)、涂料(油漆等)和建筑材料的分析,有些情况下,也可作定性和定量测定^[3],该法最适用于固体,不溶性材料或在溶液中不稳定的材料分析,在纸色谱中或薄层色谱中,应用反射测量法更为简便,可以省去将待测组分从介质中分离的步骤,这种方法虽然灵敏度较低,但其精密度比分光光度计要高^[4]。不可否认,反射光谱法还有许多不足之处,如图谱的噪声比较大,测量范围较窄(一般为 220~800nm),尤其在定量分析中,受到诸多条件限制。

2.3 结论

试验表明,由于使用自制固体粉末样品架使紫外仪器的反射光谱试验能方便快速进行,以全程扫描(220~800nm)为例,若用 $960\text{nm} \cdot \text{min}^{-1}$ 速度扫描约 3min,且不会污染样品,还能回收样品,对于昂贵样品,尤为适宜。本研究自制的固体样品架适合各种固体粉末。

参考文献:

- [1] 陈国珍,黄贤智,刘文远,等.紫外可见分光光度计[M].北京:原子能出版社,1985.309.
- [2] 常建华,董绮功,波谱原理及解析[M].北京:科学出版社,2001.24.
- [3] 罗庆光,邓延倬,蔡汝秀,等.分光光度分析[M].北京:科学出版社,1998.559~562.
- [4] Korte F. Methodicum Chemicum Vol. 1[M]. New York: Academic Press, 1974. 456.