

无需稀释的高浓度样品定量分析 ——UV-2700i Plus 介绍——

01-00842-cn

Yoshiyuki Tange

特点描述

- ◆ UV-2700i Plus 配备双单色器和低杂散光衍射光栅，无需稀释或进行其他样品制备步骤，即可对高达 8 Abs 吸光度的高浓度样品进行分析。
- ◆ 基于光谱的定量分析功能使得在定量分析过程中能够查看并考量整个吸光度光谱。

■ 引言

紫外-可见分光光度计可用于溶液中分析物的定量分析，或光学组件评估。在对溶液中的分析物进行定量分析时，紫外-可见分光光度计测量的是吸光度，因为吸光度与分析物浓度成比例变化。然而，当吸光度大于 2 Abs 时，由于杂散光（用于分析的波长以外的光）的影响，大多数紫外-可见分光光度计无法保持分析物浓度与吸光度之间的线性关系。这可以通过稀释样品来解决，即将分析物浓度降低到仪器能够测量的水平。（对于固体样品，则将其切成薄片。）

然而，UV-2700i Plus 紫外-可见分光光度计配有两个用于衍射光的低杂散光衍射光栅（双单色器），使其能够测量高达 8 Abs 的吸光度。* 这种宽动态范围使其适用于对不易稀释的样品进行定量分析，以及评估低透射率样品的透射特性。

这篇应用报告文章介绍了使用 UV-2700i Plus 分析高浓度样品的情况，还介绍了岛津™ 紫外-可见分光光度计控制软件 LabSolutions UV-Vis 中提供的基于光谱的定量分析功能。

* 高达 8 Abs 的测量是在 400 至 650 nm 的波长范围内进行的

■ 设备概述及定量分析功能

UV-2700i Plus (图 1) 配备了岛津的低杂散光衍射光栅(商品名为 Lo-Ray-Ligh® 光栅)，这使其测量范围扩大至高达 8 Abs (0.000001% 透射率)。如此宽泛的测量范围能够实现更详细的分析，并且无需进行稀释以及其他复杂的样品制备步骤。



图 1 UV-2700i Plus

此外，岛津紫外-可见分光光度计的 LabSolutions UV-Vis 控制软件具备许多用户所需的功能。除了通过预定波长处的测量值来创建校准曲线进行定量分析功能外，它还提供了基于光谱的定量分析功能，该功能在指定任意波长创建校准曲线之前都会记录完整的吸收光谱。标准定量分析功能适用于常规分析，因为它仅在预定波长（或其附近）测量吸光度，分析时间较短。然而，基于光谱的定量分析功能会记录整个吸光度光谱，对于特定分析物的定量分析而言，这使用户能够研究哪个吸光度波长是最佳的，然后根据杂质对吸收影响的了解来调整分析条件。因此，在首次分析样品或担心样品受到污染时，该功能非常理想。

■ 高锰酸钾溶液的定量分析

标准定量分析功能

通过制备最高吸收峰相当于 1 至 8 Abs (65 至 520 mg/L) 浓度的高锰酸钾 (KMnO₄) 溶液来验证高吸光度下的校准曲线线性，并使用标准定量分析功能对样品进行测量。每次测量都使用高吸光度测量套件，并且在参比侧放置一个 4 Abs 的中性密度 (ND) 滤光片。

在 LabSolutions UV-Vis 启动窗口中选择“定量测定”即可使用标准定量分析功能(图 2)。其测量方法有三种设置：“点”“面积”和“最大值”。“点”模式在固定波长处测量并积分获得吸光度，由于它具有高度的可重复性，在本示例中选择了该模式。(测量条件见表 1。)



图 2 LabSolutions UV-Vis 启动窗口

表 1 标准定量分析功能的分析条件

设备:	UV-2700i Plus
	高吸光度测量套件 *
测量波长:	525.0 nm
积分时间:	2.0 sec
狭缝宽度:	5.0 nm

* 为 UV-2700i Plus 的标准配置

图 3 中的校准曲线是根据制备相当于 1 至 8 Abs 吸光度浓度的 KMnO_4 溶液绘制而成。结果表明，即使在接近 8 Abs 的高吸光度下，也能实现良好的线性关系 ($r^2 = 0.99999$)。

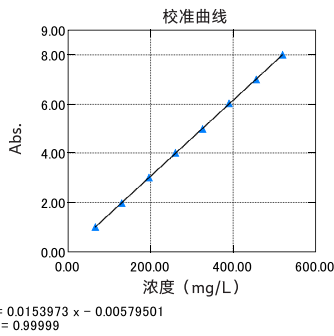


图 3 使用标准定量分析功能绘制的 KMnO_4 溶液校准曲线

基于光谱的定量分析功能

另外制备了两种吸收峰分别相当于 9 Abs 和 10 Abs (585 mg/L 和 650 mg/L) 的溶液，以便使用基于光谱的定量分析功能进行分析。

在 LabSolutions UV-Vis 启动窗口中选择“光谱测定”(图 2)，然后配置“评价”-“设置表”-“类型”(图 4)，即可使用该功能。

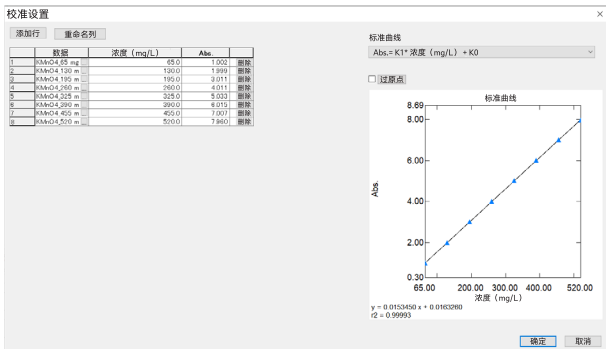


图 4 基于光谱的定量分析功能配置窗口

用于测量吸光度光谱的详细分析条件见表 2，每种 KMnO_4 溶液浓度下记录的吸光度光谱如图 5 所示。

表 2 光谱测量的分析条件

设备:	UV-2700i Plus
	高吸光度测量套件
测量波长范围:	400 至 650 nm
采样间隔:	0.1 nm
扫描速度:	低光散射 (中速)
狭缝宽度:	5.0 nm

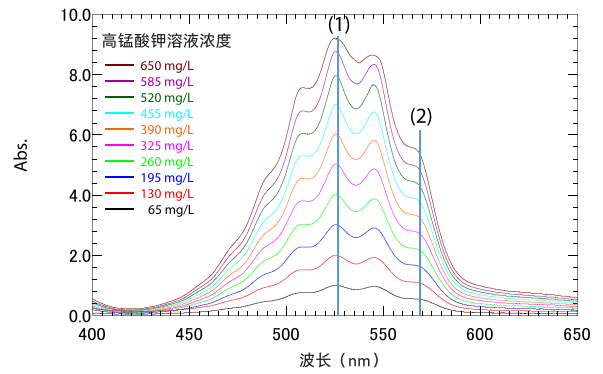


图 5 不同浓度的 KMnO_4 溶液的吸收光谱

在吸光度超过 8 Abs 时，峰强度与浓度不成比例，此时吸光度似乎已达到饱和(图 5)。接下来，从吸收光谱中选择波长，并使用基于光谱的定量分析功能在这些波长处绘制校准曲线。在本示例中，选择了图 5 中的波长 (1) 和 (2)。波长 (1) 位于吸收光谱的最大峰处 (525 nm)，用于绘制校准曲线(图 3)。在波长 (1) 处绘制了两条校准曲线：一条是测量值最高到 8 Abs 的曲线，另一条是吸光度高于 8 Abs (585 mg/L 和 650 mg/L) 的曲线。波长 (2) 位于肩峰处 (565 nm)，用于绘制最高样品浓度为 650 mg/L 的校准曲线。(校准曲线见图 6 至图 8。)

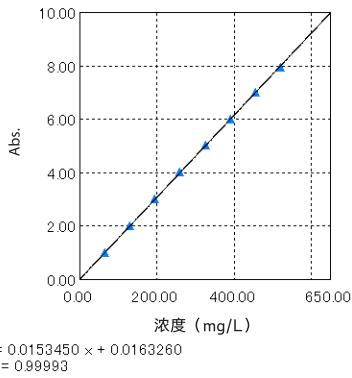


图 6 KMnO₄ 溶液校准曲线
使用基于光谱的定量分析功能 定量分析
所用波长: 525 nm, 定量范围: 65 至 520 mg/L

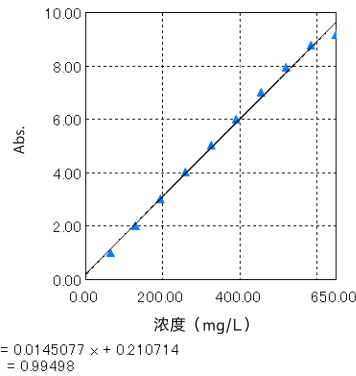


图 7 KMnO₄ 溶液校准曲线
使用基于光谱的定量分析功能 定量分析
所用波长: 525 nm, 定量范围: 65 至 650 mg/L

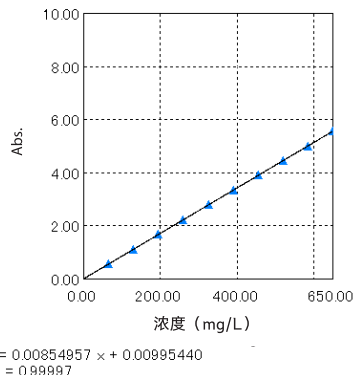


图 8 KMnO₄ 溶液校准曲线
使用基于光谱的定量分析功能 定量分析
所用波长: 565 nm, 定量范围: 65 至 650 mg/L

尽管图 6 不是使用标准定量分析功能绘制的,但在高达 8 Abs 的吸光度范围内仍实现了良好的线性关系 ($r^2 = 0.99993$)。加入吸光度超过 8 Abs 的更高浓度样品会对校准曲线的线性产生负面影响 ($r^2 = 0.99498$) (图 7)。当观察到这种负面影响时,通过选择在最高样品浓度下吸光度不超过 8 Abs 的波长,就可以实现良好的线性关系。选择不同的测量波长可以降低校准曲线的斜率,即使在这些较高的样品浓度下也能产生良好的线性关系 (图 8)。

基于光谱的定量分析功能使用户能够根据对完整吸光度光谱的了解,改变定量分析中的参数,选择最适合的分析波长对样品进行定量。

■ 结论

这篇应用报告介绍了高浓度高锰酸钾溶液样品的定量分析。结果表明,UV-2700i Plus 紫外-可见分光光度计的双单色器和低杂散光衍射光栅使其能够在高达 8 Abs 的吸光度下进行定量分析。LabSolutions UV-Vis 软件中包含的基于光谱的定量分析功能可以检查吸光度光谱中的峰饱和情况,并利用这些信息选择一个吸收波长,从而在样品浓度范围内绘制出具有良好线性关系的校准曲线。

岛津应用云



LabSolutions 是岛津制作所或其附属公司在日本和 / 或其他国家的商标。



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考,不予任何保证。
如有变动,恕不另行通知。

第一版发行日: 2025 年 2 月