

# Application News

## No. A573

光吸收分析

### 低温状态下的光谱测定 - CoolSpeK 的应用 -

物质吸收光发光时, 伴随着电子状态的变化。吸收是电子从基态向激发态跃迁, 发光则相反, 是从激发态向基态跃迁。各电子状态具有振动能级, 并且各振动能级还存在旋转能级。在常温下, 物质的基态电子分布着一些振动和旋转能级, 当基态电子向激发态跃迁时, 会伴随着振动和旋转能级跃迁, 因此获得宽的光谱。振动、旋转能级的分布受周围热的影响, 将物质冷却后, 分布在高级次的振动、旋转能级受到抑制, 因此, 光谱变尖锐, 能得到在常温下无法观测到的峰值。

本次使用紫外可见分光光度计以及荧光分光光度计, 结合优尼索库公司制造的 CoolSpeK 附件, 对低温状态下进行液体测定的事例进行介绍。

K. Sobue

#### 低温状态下苯的吸收

在紫外可见分光光度计 UV-2600 安装 CoolSpeK 的外观如图 1 所示。CoolSpeK 能够控制的温度范围为  $-182^{\circ}\text{C} \sim +100^{\circ}\text{C}$ 。室温 ( $20^{\circ}\text{C}$ ) 以下通过液氮进行控制\*1。

从  $20^{\circ}\text{C}$  降温至  $-120^{\circ}\text{C}$ , 对苯溶液 (溶剂: 乙醇,  $0.44 \text{ mg/ml}$ ) 进行测定的结果如图 2、3 所示。这里, 光谱以  $280 \text{ nm}$  处的值进行归一化。测定条件如表 1 所示。

\* 1 在一些场合下, 测定需要遮光窗帘。

表 1 测定条件

装置	: UV-2600、CoolSpeK
测定波长范围	: $230 \sim 280 \text{ nm}$
扫描速度	: 中速
采样间隔	: $0.2 \text{ nm}$
狭缝宽度	: $0.5 \text{ nm}$

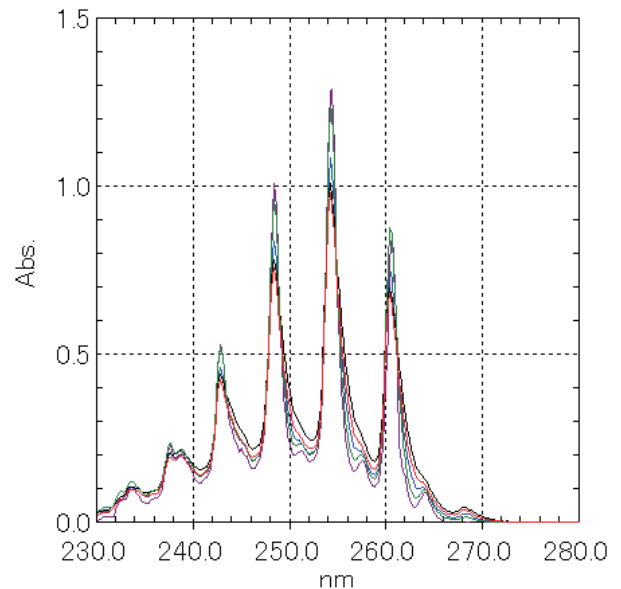


图 2 吸收光谱

黑色:  $20^{\circ}\text{C}$ 、红色:  $0^{\circ}\text{C}$ 、蓝色:  $-40^{\circ}\text{C}$ 、绿色:  $-100^{\circ}\text{C}$ 、紫色:  $-120^{\circ}\text{C}$

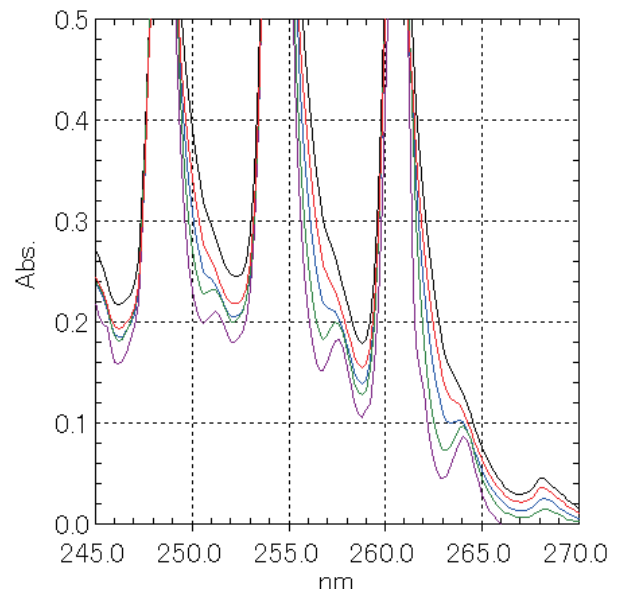


图 3 图 2 的放大



图 1 在 UV-2600 安装 CoolSpeK 的情况

根据图 2, 在 20 °C 和 0 °C 下, 能观察到 4 个 (242 nm、248 nm、254 nm、260 nm) 峰值。通过降低温度各峰值变尖锐。图 3 中, 在 -100 °C 和 -120 °C 下, 264nm 和 257nm 处也能观测到峰值。在室温下, 苯的能量状态受热的影响, 电子基态广泛地分布着高级次的振动、旋转能级, 264nm 和 257nm 处的峰值被主要峰值掩盖, 通过调整为低温状态, 使高级次的振动、旋转能级的分布变少, 主要峰值变尖锐并能进行观测。

## ■ 低温状态下二苯甲酮的发光

在荧光分光光度计 RF-6000 安装 CoolSpeK 的外观如图 4 所示。通过选择合适的底座部分, CoolSpeK 除了可安装在紫外可见分光光度计系列上, 还可以放置在荧光分光光度计 RF-6000 上。

从 20 °C 降低至 -180 °C, 测定二苯甲酮溶液 (溶剂: 乙醇,  $2 \times 10^{-5}$  mol/L) 的结果如图 5、6 所示。测定条件如表 2 所示。

可知二苯甲酮溶液在 20 °C ~ -100 °C 下无法确认发光, 但是, 从 -150 °C 左右能确认发光。可以推测, 在室温状态下发生热能失活过程占主导, 而在低温状态下该过程变少, 因此观测到了发光过程。

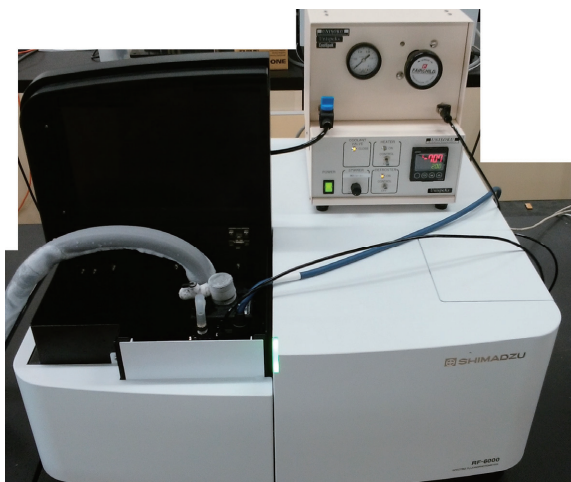


图 4 在 RF-6000 安装 CoolSpeK 的情况

表 2 测定条件

装置	: RF-6000、CoolSpeK 截止滤光片 IHU310
激发波长	: 265 nm
测定波长范围	: 350-600 nm
扫描速度	: 200 nm/min
数据间隔	: 1.0 nm
带宽	: Ex 5.0 nm、Em 5.0 nm
灵敏度	: Low

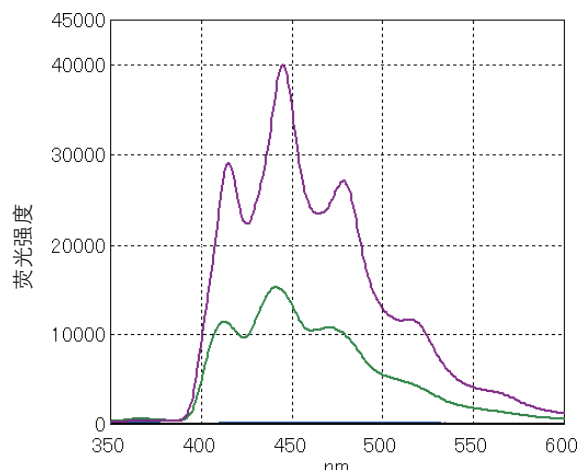


图 5 二苯甲酮溶液的发射光谱  
黑色: 20 °C、红色: -100 °C、蓝色: -150 °C、  
绿色: -160 °C、紫色: -180 °C

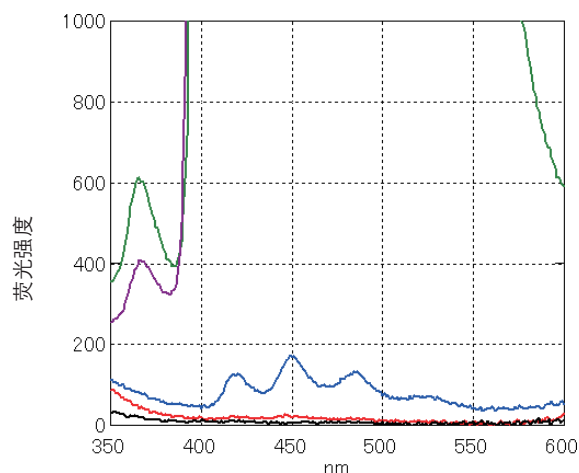


图 6 图 5 的放大

## ■ 总结

使用紫外可见分光光度计和荧光分光光度计以及 CoolSpeK, 能测定苯溶液和二苯甲酮溶液在低温状态的光谱。在利用紫外可见分光光度计 UV-2600 测定苯的吸收光谱中, 室温状态下被主吸收峰掩盖的信号可通过调整为低温状态进行区别及确认。

利用荧光分光光度计 RF-6000 测定二苯甲酮溶液时, 在 20 °C ~ -100 °C 下无法观测到的发射光谱, 而在 -150 °C 附近的低温状态下则能观测到。

### 参考文献

前田秀一 编著 最先阅读的光化学的书 (日刊工业报社)



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: 2018 年 4 月