

# Application News

## No. A561

光吸收分析

### 低温状态下的发光测定 - 低温测定单元的应用 -

分子从激发态向基态跃迁时，通常会伴随荧光发射现象，其发光效率 ( $\eta$ ) 由下列公式表示，具体取决于辐射跃迁 ( $W_R$ ) 和非辐射跃迁 ( $W_{NR}$ ) 的比率。

$$\eta = W_R / (W_R + W_{NR})$$

在发光现象中，周围环境对激发态的跃迁影响很大，特别是热的影响。当热的影响变大时，非辐射跃迁增加，会导致发光效率降低，所以获得的发光强度会降低。因此，很多测定是在使用液氮等降低样品温度的情况下进行的。

本次将介绍使用荧光分光光度计 RF-6000 及低温测定单元<sup>1</sup> 测定液氮温度 (77K) 下的液体 / 粉末的事例。

K. Sobue

#### 液体的低温测定

图 1 显示了低温测定单元的截面图。低温测定单元在样品室中设置杜瓦瓶，并用液氮填充。通过在此放置含样品的样品棒，可以将样品冷却至接近液氮温度 (77 K)。此外，如图 2 所示，将其设计为可以从附着于样品室前部的观测窗观察样品的状态。由此，通过目视检查可确认是激发光照射到样品上还是样品自己发光。

图 3 和图 4 所示为在室温 (300 K) 和液氮温度 (77 K) 下两种浓度 ( $1.0 \times 10^{-5}$  mol/L 和  $5.0 \times 10^{-5}$  mol/L) 萘溶液 (溶剂: 乙醇) 的测定结果。测定条件如表 1 所示。

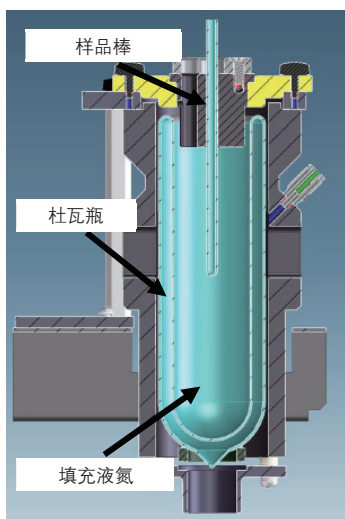


图 1 低温测定单元的截面图

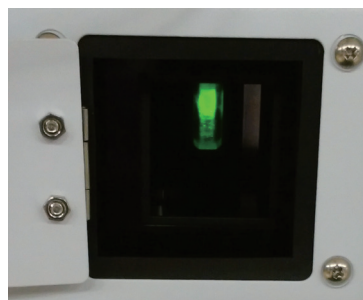
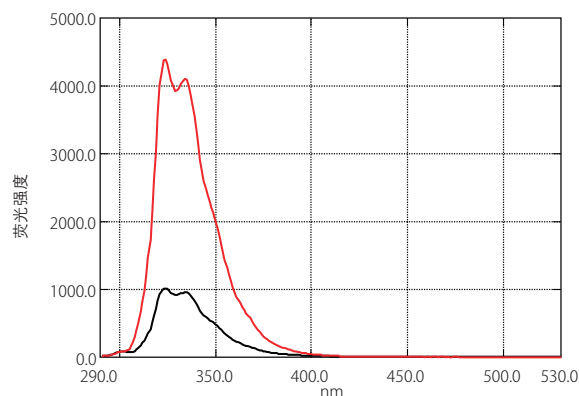
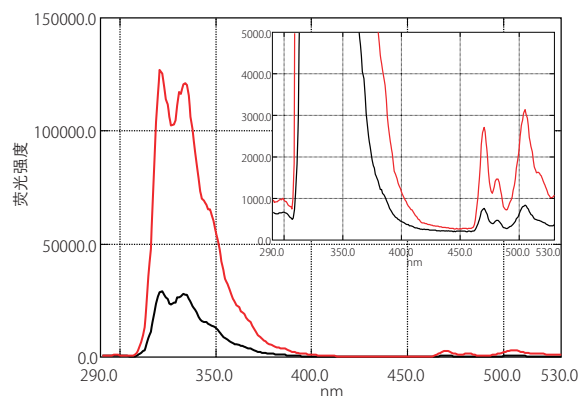


图 2 透过窗口观察样品室的状态 (激发光照射)

表 1 测定条件

装置	: RF-6000、低温测定单元
激发波长	: 275 nm
测定波长范围	: 290-530 nm
扫描速度	: 200 nm/min
数据间隔	: 1.0 nm
带宽	: Ex 3.0 nm、Em 5.0 nm
灵敏度	: Low


 图 3 室温 (300 K) 下的光谱  
 黑色:  $1.0 \times 10^{-5}$  mol/L; 红色:  $5.0 \times 10^{-5}$  mol/L

 图 4 液氮温度 (77 K) 下的光谱  
 黑色:  $1.0 \times 10^{-5}$  mol/L; 红色:  $5.0 \times 10^{-5}$  mol/L

在低温状态下测定时, 发光效率升高, 除了能观察到在室温下也能检测到的 325nm 和 335nm 附近的峰值以外, 还在更长波长区域的 500nm 附近观察到信号。

此外, 图 5 显示了从观察窗观察到的激发光照射情况和关闭护窗板约 1 秒后的情况。可确认寿命较长的发光现象 (磷光)。

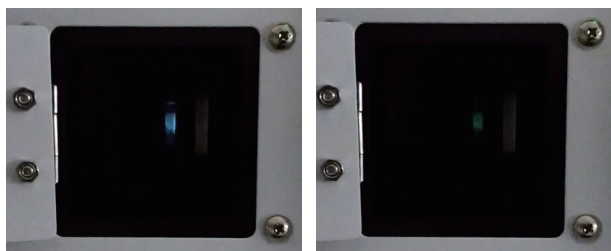


图 5 左: 正在照射激发光, 右: 关闭护窗板约 1 秒后

## ■ 粉末的低温测定

图 6 显示了用于低温测定粉末和微量液体的样品棒。它由 3 块丙烯酸板构成, 在厚度为 1mm 的空间中填充样品。通过将图 6 右侧的突起部分浸入液氮, 即可对样品进行冷却, 并进行低温测定。

图 7 显示了在室温 (300 K) 和液氮温度 (77 K) 下对二苯甲酮粉末进行测定的结果。测定条件如表 2 所示。

在低温状态下, 可以获得比室温状态更清晰的信号。推测认为, 这是由于室温状态下会发生热能失活的过程, 而在低温条件下该过程有所减少。

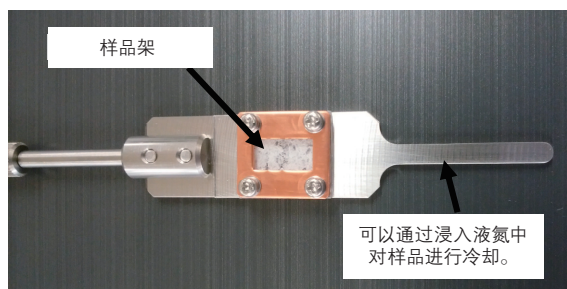


图 6 粉末和微量液体用样品棒

表 2 测定条件

装置	: RF-6000、低温测定单元
激发波长	: 350 nm
测定波长范围	: 370-660 nm
扫描速度	: 200 nm/min
数据间隔	: 1.0 nm
带宽	: Ex 3.0 nm、Em 5.0 nm
灵敏度	: Low

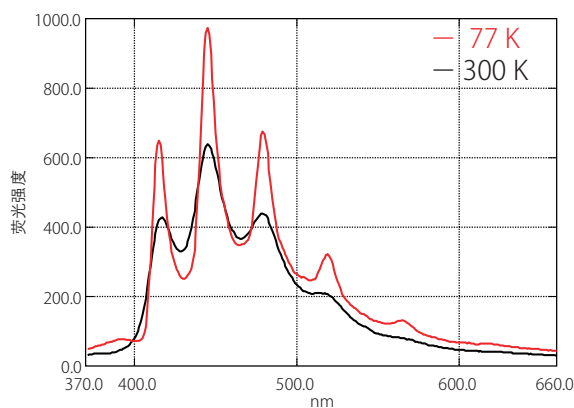


图 7 二苯甲酮粉末的光谱  
黑色: 室温 (300 K); 红色: 液氮温度 (77 K)

## ■ 总结

通过使用荧光分光光度计 RF-6000 和低温测定单元, 我们可以研究低温下液体和粉末的发光特性。

在蔡溶液 (溶剂: 乙醇) 中, 低温状态下能观察到室温下观察不到的发光光谱, 同时, 也能从低温测定单元的观察窗进行目视确认。此外, 通过二苯甲酮粉末的低温测定, 可以得到比室温状态下更清晰的光谱信号。

### 参考文献

荧光体同学会编辑: 荧光体手册 (Ohmsha 株式会社)

\* 1 本产品是半制品。详情请咨询岛津营业或代理店。