

## 中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0570—2020  
代替 JY/T 022—1996

### 紫外和可见吸收光谱分析方法通则

General rules for ultraviolet and visible absorption spectrometry



2020-09-29 发布

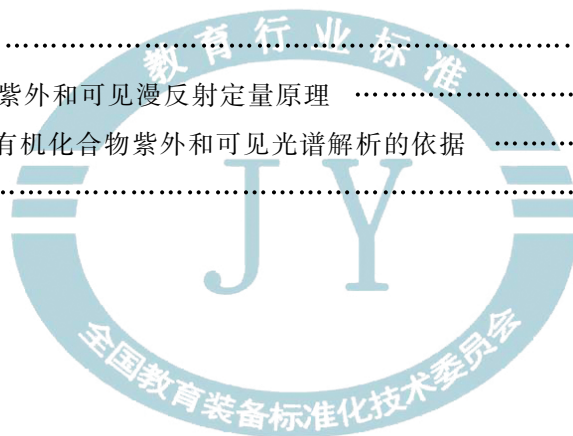
2020-12-01 实施

中华人民共和国教育部 发布



## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 分析方法原理 .....	2
5 试剂与材料 .....	2
6 仪器 .....	3
7 样品 .....	3
8 分析测试 .....	4
9 结果报告 .....	7
10 安全注意事项 .....	9
附录 A (资料性附录) 紫外和可见漫反射定量原理 .....	10
附录 B (资料性附录) 有机化合物紫外和可见光谱解析的依据 .....	12
参考文献 .....	13





## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 JY/T 022—1996《紫外和可见吸收光谱方法通则》，与 JY/T 022—1996 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 标准名称修改为“紫外和可见吸收光谱分析方法通则”；
- 修改了标准的适用范围(见第 1 章,1996 年版的第 1 章)；
- “引用标准”修改为“规范性引用文件”(见第 2 章,1996 年版的第 2 章)；
- 增加了“术语和定义”(见第 3 章)；
- “方法原理”修改为“分析方法原理”，增加局域等离子体共振和漫反射的相关内容(见第 4 章,1996 年版的第 3 章)；
- “试剂”修改为“试剂与材料”，增加了样品池的内容(见第 5 章,1996 年的第 4 章)；
- “紫外和可见吸收光谱仪”修改为“仪器”，修改了仪器的组成的内容，简化了仪器的性能和技术指标的内容，增加了“检定或校准”(见第 6 章,1996 年的第 5 章)；
- “样品和溶液”修改为“样品”，增加胶体、悬浊液、块状、薄膜、粉末样品的相关内容(见第 7 章,1996 年版的第 6 章)；
- 简化了仪器准备的内容(见 8.1,1996 年版的 7.1)；
- 将测定步骤内容修改为“透射光路测定步骤”(见 8.2.1,1996 年版的 7.2)；
- 增加了“漫反射光路测定步骤”(见 8.2.2)；
- 增加了“镜面反射附件测定步骤”(见 8.2.3)；
- 将“定性分析”内容简化为“有机化合物定性分析”部分的相关内容(见 8.3.1,1996 年版的 7.3)；
- 增加了“无机配位化合物定性分析”和“贵金属纳米样品定性分析”(见 8.3.2 和 8.3.3)；
- “定量测定方法”改为“定量分析”(见 8.4,1996 年版的 7.4)；
- 将原 7.4 与 7.4.1 之间的两段简化为总则，增加了标准加入法的内容(见 8.4.1)；
- 修改了“多组分同时测定”部分的相关内容(见 8.4.2,1996 年版的 7.4.2)；
- 删除了“光度滴定法”(见 1996 年版的 7.4.4)；
- 删除了“导数光谱的测定步骤”(见 1996 年版的 7.4.5)；
- 将“分析结果的表述”修改为“结果报告”(见第 9 章,1996 年版的第 8 章)；
- 增加了“基本信息”(见 9.1)；
- 增加了“分析方法与测定结果的评价”的内容(见 9.3)；
- 增加了“分析方法与测定结果的评价”中“方法检出限”和“不确定度评定”的内容(见 9.3.1 和 9.3.4)；
- “准确度”修改为“正确度”(见 9.3.3,1996 年版的 8.2.3)；
- 删除了“置信区间”(见 1996 年版的 8.2.4)；
- 修改了“安全注意事项”的相关内容(见第 10 章,1996 年第 9 章)。

本标准由中华人民共和国教育部提出。

本标准由全国教育装备标准化技术委员会化学分技术委员会(SAC/TC 125/SC 5)归口。

本标准起草单位：南京师范大学、扬州大学、苏州大学、华南理工大学。

本标准主要起草人：冯玉英、胡茂志、王梅、黄鹤勇、徐昕荣。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- JY/T 022—1996。



# 紫外和可见吸收光谱分析方法通则

## 1 范围

本标准规定了紫外和可见吸收光谱分析方法及原理、试剂与材料、仪器、样品、分析步骤、结果报告和安全注意事项。

本标准适用于单光束、双光束和双波长紫外和可见吸收光谱仪,波长在紫外和可见光区的物质的定性和定量分析。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8322 分子吸收光谱法 术语
- GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)
- GB/T 14666 分析化学术语
- GB/T 26798 单光束紫外可见分光光度计
- GB/T 26813 双光束紫外可见分光光度计
- JJF 1001 通用计量术语及定义
- JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 漫反射 **diffuse reflection**

投射在粗糙表面上的光向各个方向反射的现象。

[GB/T 13962—2009, 2.45]

### 3.2

#### 镜面反射 **specular reflection**

符合光的反射定律,不考虑漫反射的一种反射。

### 3.3

#### 消光光谱 **extinction spectrum**

待测物浓度和消光池厚度不变时,消光度(或消光度的任意函数)对应波长(或波长发的任意函数)的曲线。

注:修改 GB/T 9721—2006,定义 3.2。

### 3.4

#### 等离子体共振吸收 plasmon resonance absorption

当入射电磁波照射到金属上时,金属中的自由电子在电场的驱动下相对于正离子的晶格以一定的频率发生相干振荡而产生的吸收。

[GB/T 24369.1—2009,定义 3.2]

## 4 分析方法原理

待测物中的价电子能够选择性地吸收紫外或可见光,从基态跃迁到激发态,形成紫外和可见吸收光谱,根据待测物中各组分紫外和可见吸收光谱中吸收峰的形状、数目和吸收系数的大小可以对待测组分进行定性分析。

若待测物为透明溶液时,吸光度与待测组分的浓度和厚度的关系符合朗伯-比尔定律,见式(1):

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = \lg \frac{1}{T} = \epsilon lc \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——吸光度;

$I_0$  ——入射的单色光强度;

I ——透射的单色光强度;

T ——物质的透射比;

$\epsilon$  ——物质的摩尔吸收系数;

l ——被测物质的厚度;

c ——被测物质的物质的量浓度。

当被测物质的厚度和吸收系数一定时,吸光度与溶液中待测物的浓度成正比,利用此定律进行定量分析。

若待测物为贵金属纳米样品时,因样品的局域等离子体共振对入射光产生吸收,同时发生散射,此时测得消光光谱,可根据消光光谱得到贵金属纳米样品的种类、粒径、形状、结构和局域传导率等性质。

若待测物为悬浊液、表面粗糙的块状或粉末时可采用漫反射附件测定其漫反射率。漫反射光是入射光进入样品内部,经过多次反射、折射、衍射和吸收后返回样品表面的光,它与样品内部分子发生作用,因此负载了样品的结构和组成信息,可用于物质的定性分析。漫反射光谱经过 Kublka-Munk 方程校正后可进行定量分析,具体内容参见附录 A。

## 5 试剂与材料

### 5.1 水

配制溶液的水应符合 GB/T 6682 中二级水的规格。如用于痕量测定,则需用一级水。

### 5.2 其他试剂

实验中所用的试剂和溶液应按 GB/T 602 和 GB/T 603 中所规定的方法配制。在使用有机溶剂时,选择有机溶剂的原则为:对试验样品有良好的溶解能力和选择性;溶剂不与待测组分发生化学反应;溶剂本身在测定波段无明显吸收,而待测组分在溶剂中有良好的吸收峰;尽量选取挥发性小、不易燃、无毒性且价格更便宜的溶剂。在需要调节试验溶液 pH 值时,可根据需要选择适宜的缓冲溶液。

### 5.3 样品池

样品池分为液体吸收池和粉末样品池,其使用注意事项如下:



- a) 液体吸收池不得有裂纹,透光面应清洁,无划痕和斑点,试验溶液的吸收波长在紫外区时用石英吸收池,吸收波长在可见区时用石英或玻璃吸收池,在没有特别规定吸收池厚度时,使用厚度为1 cm的吸收池;
- b) 粉末样品池使用后选择适宜的溶剂清洗并用干燥空气或氮气吹干。

## 6 仪器

### 6.1 仪器的组成

#### 6.1.1 光源

紫外和可见吸收光谱仪常用光源为氘灯和钨灯。在保证仪器达到或高于目前仪器各项性能的条件下,也可使用其他光源。

#### 6.1.2 分光系统

分光系统是由分光元件、入射狭缝、出射狭缝以及若干块反射镜组成。从光源发射的连续光谱中分离出所需的单色光。

#### 6.1.3 样品室

样品室由样品池、样品架和可组装附件的样品架组成。

#### 6.1.4 检测器

紫外和可见光区常用检测器为光电倍增管。在保证仪器达到或高于目前仪器各项性能的条件下,也可使用其他检测器。

#### 6.1.5 控制与数据处理系统

控制与数据处理系统一般包含计算机和仪器的控制软件,实现对仪器的操作和数据的处理等功能。也可不采用软件,采用人工计算方式来获得所需要的结果。

#### 6.1.6 附属设备

根据需要可附加不改变、不影响仪器原理、结构和基本检测方法的设备,例如漫反射附件、镜面反射附件和变温附件等。

### 6.2 仪器的性能

紫外和可见吸收光谱仪性能指标如波长准确度、波长重复性、光谱带宽、透射比准确度、透射比重复性、基线平直度、杂散光等参数应达到或优于 GB/T 26798 和 GB/T 26813 中的规定。

### 6.3 检定或校准

仪器的各项性能和指标应定期进行检定或校准,必要时在测试前对波长准确度、波长重复性、透射比准确度、透射比重复性等指标进行校验。检定或校准应按照仪器检定规程或校准方法进行。

## 7 样品

### 7.1 试验样品

用于紫外和可见吸收光谱测定的样品要求如下:

- a) 试验样品应具有充分的代表性,并按分析化学中常规方法处理,在处理过程中,应防止样品被污染和待测组分的丢失;
- b) 无机样品用合适的酸、混酸溶解或用碱熔融,有时需先经湿法或干法消化样品,然后再根据需要选择加入显色剂、酸或碱、缓冲液、掩蔽剂或稳定剂等,选择加热或放置,最后加入溶剂,定容,配制成澄清透明的试验溶液;
- c) 有机样品用合适的有机溶剂溶解或抽提,制备成供测定用的澄清透明试验溶液;
- d) 胶体和悬浊液应分散均匀,不能有气泡;
- e) 块状样品质地均匀,尺寸合适,易于固定;
- f) 薄膜样品应分散均匀,尺寸合适,易于固定,必要时选择在测定波段无吸收的材料作为衬底;
- g) 粉末样品的用量要铺满样品池底部,若样品量不够,可在样品中加入适量的稀释剂例如硫酸钡和氧化镁等与之混合均匀后填充样品池,粉末样品还可压片或用易挥发溶剂溶解后涂膜制样。

## 7.2 空白试验样品

空白试验溶液的配制方法与试验溶液相同,但不含待测组分。

漫反射附件测定样品时,采用标准高反射性材料如硫酸钡、氧化镁等作为空白对照。镜面反射附件测定样品时,采用标准反射镜如铝镜作为空白对照。

## 7.3 标准溶液

在进行定量测定时,必须配制标准溶液。为保证量值的溯源,应尽可能使用标准物质来制备标准溶液。无标准物质可供使用时,采用能满足具体工作要求的相应纯物质配制标准溶液。

# 8 分析测试

## 8.1 仪器准备

### 8.1.1 开机

按仪器说明书要求的顺序开机。

### 8.1.2 仪器测定参数的选择

光谱扫描时根据需要对仪器的下列参数进行设置:测定方式、波长范围、扫描速度、步长、光谱带宽和停留时间。单波长测定时对测定方式、光谱带宽和读取次数进行设置。

## 8.2 测定步骤

### 8.2.1 透射光路测定步骤

透射光路的测定步骤如下:

- a) 按照 7.1 要求配制试验溶液或准备透明固体样品;
- b) 按照 8.1 要求准备好仪器、吸收池和样品架;
- c) 设置测定参数,先用空气进行基线校准,测定溶剂或空白试验样品,确保其质量符合实际工作的要求,然后用溶剂或空白试验溶液进行基线或零点校准;
- d) 透明固体样品可用空气进行基线校准,有衬底的透明固体样品用衬底进行基线校准;
- e) 选择合适的测定条件进行测定。

### 8.2.2 漫反射光路测定步骤

漫反射光路的测定步骤如下:

- a) 按照 7.1 要求准备好粉末样品或块状样品；
- b) 按照 8.1 要求准备好仪器和漫反射附件；
- c) 设置测定参数,用标准白板,例如硫酸钡、氧化镁和聚四氟乙烯等,对仪器进行基线或零点校准；
- d) 将样品固定在漫反射附件样品窗口位置；
- e) 选择合适的测定条件进行测定。

### 8.2.3 镜面反射光路测定步骤

镜面反射光路的测定步骤如下：

- a) 按照 7.1 要求准备好平整光滑的块状样品；
- b) 按照 8.1 要求准备好仪器和镜面反射附件；
- c) 设置测定参数,用标准反射镜如铝镜对仪器进行基线或零点校准；
- d) 将样品放置在镜面反射附件的样品位置；
- e) 选择合适的测定条件进行测定。

## 8.3 定性分析

### 8.3.1 有机化合物定性分析

从有机化合物的紫外和可见吸收光谱的吸收峰位置、形状和摩尔吸收系数可以推断该有机化合物结构中是否含有不饱和基团及不饱和基团的数量和种类,具体内容参见附录 B。

### 8.3.2 无机配位化合物定性分析

无机配位化合物的价电子跃迁分为电荷迁移跃迁和配位体场跃迁,电荷迁移跃迁为电子从给予体向接受体的轨道上跃迁,最大吸收波长处摩尔吸收系数大于  $10\,000\text{ L}/(\text{cm}\cdot\text{mol})$ ;配位体场跃迁为  $f\rightarrow f$  或  $d\rightarrow d$  跃迁,最大吸收波长处摩尔吸收系数小于  $100\text{ L}/(\text{cm}\cdot\text{mol})$ 。

### 8.3.3 贵金属纳米样品定性分析

从贵金属纳米样品的消光光谱可推断该贵金属纳米样品的种类、粒径、形状、结构和局域传导率等性质。

## 8.4 定量分析

### 8.4.1 总则

根据朗伯-比尔定律建立的各种吸收光谱分析方法广泛用于常量组分、微量组分和痕量组分的测定。在进行定量测定时,一般选择最大吸收峰波长进行吸光度测定,但干扰组分在该处也有吸收则不宜选择此波长。吸光度值应在合适的范围内,通常控制在  $0.2\sim 0.8$  之间,必要时可通过调节浓度和吸收池厚度使试验溶液的吸光度满足要求。

### 8.4.2 单组分定量测定

单组分定量测定常用标准曲线法,根据标准溶液的吸光度和浓度数据,绘制标准曲线,用最小二乘法进行线性回归分析,求得回归方程:

$$A = a + bc \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $a$  ——回归方程的常数;  
 $b$  ——回归方程的常数。

它们按下式计算：

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n c_i A_i - (\sum_{i=1}^n c_i) (\sum_{i=1}^n A_i) / n}{\sum_{i=1}^n c_i^2 - (\sum_{i=1}^n c_i)^2 / n} \dots\dots\dots (3)$$

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n A_i}{n} - \frac{b \sum_{i=1}^n c_i}{n} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $n$  —— 标准溶液数；
- $c_i$  —— 第  $i$  个标准溶液物质的量浓度；
- $A_i$  —— 第  $i$  个标准溶液的吸光度。

在相同仪器条件下，测定试验溶液的吸光度值，由回归方程(2)计算或从标准曲线查出试验溶液的浓度。根据试验溶液的吸光度  $A$  和  $c$  由式(1)可计算摩尔吸收系数  $\epsilon$ ， $\epsilon$  的大小反映被测物质定量测定的灵敏度。

当试验溶液基体吸收较大时，可采用标准加入法进行定量分析。可分别往 5 份相同体积的试验溶液中加入零份、一份、两份、三份和四份相同体积的标准溶液，测定各溶液的吸光度值，由加入标准溶液浓度对吸光度作图，将得到的曲线反向延伸与浓度轴的交点的绝对值即为试验溶液中待测组分的浓度。

### 8.4.3 多组分同时测定

多组分定量测定定量依据是朗伯-比尔定律和吸光度的加和性。若样品厚度为 1 cm 时，吸光度与各组分物质的量浓度表示如下：

$$A_i = \sum_{j=1}^n \epsilon_{i,j} c_j \quad i = 1, 2, 3 \dots m \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- $A_i$  —— 波长  $i$  处的吸光度；
- $c_j$  —— 第  $j$  个组分的物质的量浓度；
- $\epsilon_{i,j}$  —— 第  $j$  个组分在波长  $i$  处的摩尔吸收系数；
- $n$  —— 组分数；
- $m$  —— 测定的波长数。

将公式(5)变换为矩阵形式：

$$\begin{bmatrix} A_1 \\ A_2 \\ \vdots \\ A_m \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \epsilon_{11} & \epsilon_{12} & \dots & \epsilon_{1n} \\ \epsilon_{21} & \epsilon_{22} & \dots & \epsilon_{2n} \\ \vdots & \vdots & \dots & \vdots \\ \epsilon_{m1} & \epsilon_{m2} & \dots & \epsilon_{mn} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c_1 \\ c_2 \\ \vdots \\ c_n \end{bmatrix} \dots\dots\dots (6)$$

对于线性关系较好的简单体系，配置不同浓度的标准混合溶液，根据浓度和吸光度矩阵可计算出摩尔吸收系数矩阵，再根据未知溶液的吸光度矩阵计算出样品的浓度。

然而，在较复杂的多组分混合体系中，常用多元校正进行定量分析，其步骤如下：

- a) 选取成分和浓度已知的校正集和验证集样品；
- b) 采集校正集和验证集样品光谱；
- c) 初步剔除异常样品或极为相似的样品；
- d) 选择参考方法，测定校正集和验证集的参考值；
- e) 利用化学计量学软件建立校正模型，并对其评价、优化和验证；
- f) 采集未知样品的光谱；

g) 根据校正模型和未知样品的光谱对未知样品的成分和浓度进行预测。

#### 8.4.4 差示吸收光谱法

当试验溶液浓度过高或过低,均会使误差增大。若改用标准溶液作为参比溶液来调节仪器的100%或0%透过率,测定试验溶液对标准溶液的透过率,这种方法称为差示吸收光谱法。根据参比溶液的不同有三种测定方法:

- a) 高吸收法:当试验溶液浓度过高时,用一个比试验溶液浓度稍低的标准溶液作参比溶液,调节仪器的透过率为100%,然后测定试验溶液的吸光度;
- b) 低吸收法:当试验溶液浓度过低时,用一个比试验溶液浓度稍高的标准溶液作参比溶液,调节仪器的透过率为0%,再测定试验溶液的吸光度;
- c) 高精密法:选择两份不同浓度的标准溶液,试验溶液的浓度介于两者之间。先用比试验溶液浓度高的作参比,调节透过率为0%;再用一个比试验溶液浓度低的作参比,调节透过率为100%,然后测定试验溶液的吸光度。

#### 8.4.5 导数吸收光谱法

紫外和可见光谱是峰形较宽的光谱,多组分溶液容易产生重叠吸收,痕量组分则显示微小的“肩”形,限制了这些组分的定量测定。导数光谱可以大大提高谱图的分辨率,提高检测灵敏度,其定量依据如下:

$$\frac{d^n A}{d\lambda^n} = \frac{d^n \epsilon}{d\lambda^n} l c \quad \dots\dots\dots (7)$$

由(7)可知,在一定条件下吸光度  $A$  的  $n$  阶导数值与待测物浓度  $c$  成正比。从导数光谱的标准曲线和相同条件下试验溶液的导数值,可求得试验溶液的浓度。导数值的量取有切线法、峰谷法和峰零法。

#### 8.4.6 双波长吸收光谱法

双波长吸收光谱法是利用双波长紫外和可见吸收光谱仪进行吸收光谱测定,得到不同波长下的吸光度差值,吸光度差值与溶液浓度之间具有以下关系:

$$\Delta A = (\epsilon_{\lambda_2} - \epsilon_{\lambda_1}) l c \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$\Delta A$  ——吸光度差值;

$\lambda_1$  ——参比波长;

$\lambda_2$  ——测定波长;

$\epsilon_{\lambda_2}$  ——待测组分在波长为  $\lambda_2$  下的摩尔吸收系数;

$\epsilon_{\lambda_1}$  ——待测组分在波长为  $\lambda_1$  下的摩尔吸收系数。

利用  $\Delta A$  与  $c$  的正比关系进行定量测定。

进行双波长吸收光谱测定要选择  $\lambda_1$  和  $\lambda_2$ ,根据波长选择的不同,双波长吸收光谱法分等吸收点法和系数倍频法等。常用等吸收点法进行分析,该法要求在  $\lambda_1$  和  $\lambda_2$  波长下干扰组分应有相同的吸光度,而待测组分在这两个波长下的吸光度差值要足够大。一般  $\lambda_2$  选择待测组分的最大吸收峰处, $\lambda_1$  选择干扰组分的等吸收点处。

## 9 结果报告

### 9.1 基本信息

结果报告中可包括:委托单位信息、样品信息、仪器设备信息、环境条件、制样方法、检测方法(依据标准)、检测结果、检测人、校核人、批准人、检测日期等。必要和可行时可给出分析方法和结果的评价信息。



## 9.2 分析结果表述

### 9.2.1 定性分析的结果表述

给出样品的吸收光谱图,标出吸收光谱各吸收峰的波长、吸光度、透过率或反射率,根据吸收峰位置、形状、数目以及强度判断待测组分的性质。

### 9.2.2 定量分析的结果表述

根据试验溶液的吸光度,从标准溶液的回归方程或校准曲线,得到试验溶液的浓度,按式(9)计算试验溶液的平均值,最后计算出待测组分的含量。

$$\bar{c} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n c_i \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

$\bar{c}$  ——  $n$  次重复测定的平均浓度值;

$n$  —— 重复测定的次数;

$c_i$  —— 单次测定的浓度值。

## 9.3 分析方法与测定结果的评价

### 9.3.1 方法检出限

方法检出限一般是采用样品独立全流程空白溶液连续 11 次测定值的 3 倍标准偏差所获得的分析物浓度。

### 9.3.2 精密度

精密度通常用标准偏差或相对标准偏差表示,精密度与浓度有关,报告精密度时应指明获得该精密度时分析物的浓度。精密度计算方法如下:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{(n-1)}} \quad \dots\dots\dots(10)$$

$$RSD = \frac{S}{\bar{c}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

$S$  —— 标准偏差;

$RSD$  —— 相对标准偏差。

### 9.3.3 正确度

正确度用绝对误差或相对误差表示。在实际工作中,用标准物质或标准方法进行对照试验,或加入待测组分的纯物质进行回收试验来估计正确度。当用回收试验来估计正确度时,正确度以回收率( $R$ )表示,回收率按(12)式计算:

$$R = \frac{c_t - c_0}{c_a} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

$c_0$  —— 初始检出浓度;

$c_a$  —— 加入量;

$c_t$  —— 加入  $c_a$  检出浓度。

#### 9.3.4 不确定度评定

按 JJF 1059.1 中的评定方法和原则进行分析结果测量不确定度的必要评定与表示。

### 10 安全注意事项

#### 10.1 环境

仪器应安放在无灰尘、无腐蚀性气体、无震动、无电磁干扰的环境中,温度保持在  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,湿度保持在 75% 以下。

#### 10.2 供电

仪器应有单独地线,使用时应保证正常供电。

#### 10.3 仪器维护

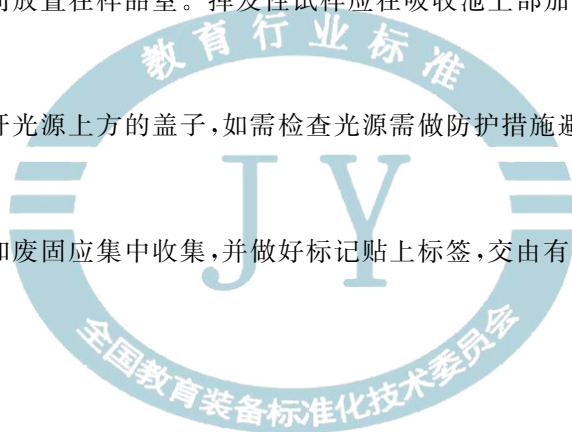
仪器的光学系统切勿轻易拆卸,要保持内部干燥、洁净、绝缘良好。样品室应保持干燥,防止试样交叉污染。试样不宜长时间放置在样品室。挥发性试样应在吸收池上部加盖。

#### 10.4 安全防护

仪器运行中切勿打开光源上方的盖子,如需检查光源需做防护措施避免紫外光照射到皮肤和眼睛。

#### 10.5 废弃物处理

实验中产生的废液和废固应集中收集,并做好标记贴上标签,交由有资质的处置单位进行统一处理。



附录 A  
(资料性附录)

紫外和可见漫反射定量原理

光的反射分为镜面反射和漫反射,发生镜面反射时入射光只发生在样品的表层,未与样品内部分子发生作用,因此它没有负载样品的结构和组成信息,发生漫反射时入射光进入样品内部后,经过多次反射、折射、衍射、吸收后返回表面,漫反射光是与样品内部分子发生作用,因此负载了样品的结构和组成信息,可用于物质的定性分析。紫外和可见漫反射光谱可以用来分析浑浊溶液、悬浊溶液、块状及粉末样品。将漫反射谱经过 Kublka-Munk 方程校正后可进行定量分析,见公式(A.1):

$$F(R'_{\infty}) = \frac{K}{S} = \frac{(1 - R'_{\infty})^2}{2R'_{\infty}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- K ——吸收系数;
- S ——为散射系数;
- $R'_{\infty}$  ——无限厚样品的反射系数;
- $F(R'_{\infty})$  ——减免函数或 Kublka-Munk 函数。

$R'_{\infty}$  不易测定,实际测定的是相对漫反射率,硫酸钡等高反射性材料在紫外和可见光区  $R'_{\infty} \approx 1$  即  $K \approx 0$ ,选它们为参比样品,可得到待测样品无穷厚度的相对漫反射率,可简称为漫反射率,见公式(A.2):

$$R_{\infty} = \frac{R'_{\infty(\text{样品})}}{R'_{\infty(\text{参比})}} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- $R'_{\infty(\text{样品})}$  ——无限厚试验样品的反射系数;
- $R'_{\infty(\text{参比})}$  ——无限厚参比样品的反射系数;
- $R_{\infty}$  ——无限厚试验样品的相对反射率。

$R_{\infty}$  与试验样品中的组分浓度不成线性关系,常用与组分含量成线性关系的漫反射光谱函数有两种,即 Kublka-Munk 函数和漫反射吸光度,将  $R_{\infty}$  代入 Kublka-Munk 函数得公式(A.3):

$$F(R_{\infty}) = \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2R_{\infty}} = \frac{K}{S} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$F(R_{\infty})$  ——使用相对反射率时减免函数或 Kublka-Munk 函数。

对于只有一种组分的样品,当样品浓度不高时吸光系数与样品浓度成比例,若 S 为常数,公式(A.3)可变化为公式(A.4):

$$F(R_{\infty}) = \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2R_{\infty}} = \frac{K}{S} = bc \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

- b ——与摩尔吸收系数和散射系数相关的常数;
- c ——样品浓度。

如将相对反射率转换为漫反射吸光度,结合公式(A.3)得公式(A.5):

$$A = \log\left(\frac{1}{R_{\infty}}\right) = -\log\left[1 + \frac{K}{S} - \sqrt{\left(\frac{K}{S}\right)^2 + 2\left(\frac{K}{S}\right)}\right] \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

A ——漫反射吸光度。

A 与  $K/S$  的关系是一条通过零点的曲线,见图 A.1,在一定浓度范围内 A 与  $K/S$  的关系可近似看



成一条直线,公式(A.5)可用截距不等于零的一条直线来近似表达,若  $S$  为常数,得公式(A.6):

$$A = a + b'c \quad \dots\dots\dots(A.6)$$

式中:

$a$  ——常数;

$b'$  ——常数。

但在多组分体系中,漫反射吸光度不具有加和性,具有加和性的是 Kublka-Munk 函数  $F(R_\infty)$ 。

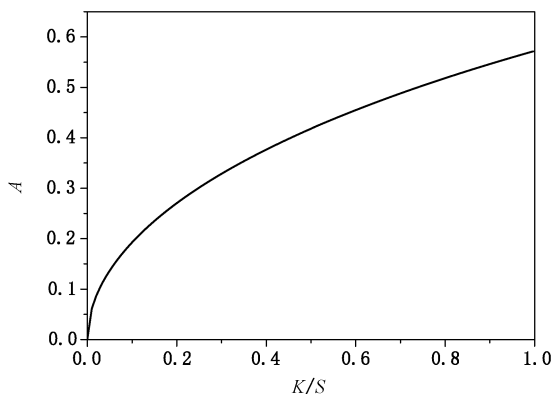


图 A.1 漫反射吸光度  $A$  与  $K/S$  的关系曲线



## 附 录 B

(资料性附录)

## 有机化合物紫外和可见光谱解析的依据

有机化合物紫外和可见吸收光谱定性分析的一般规律为：

- a) 如果该化合物在 220 nm~800 nm 波长范围内无吸收,  $\epsilon < 1 \text{ L}/(\text{cm} \cdot \text{mol})$ , 则该化合物不含直链或环状共轭体系, 也不含有醛基、酮基或溴和碘。
- b) 如果该化合物在 270 nm~350 nm 波长范围内出现一低强度的吸收峰,  $\epsilon$  在  $10 \text{ L}/(\text{cm} \cdot \text{mol}) \sim 100 \text{ L}/(\text{cm} \cdot \text{mol})$  之间, 而且在 200 nm 附近无其他吸收, 则该化合物含有一个简单的、非共轭的并含有 n 电子的生色团。
- c) 如果该化合物在 250 nm~300 nm 波长范围内出现中等强度的吸收峰,  $\epsilon$  在  $1\,000 \text{ L}/(\text{cm} \cdot \text{mol}) \sim 10\,000 \text{ L}/(\text{cm} \cdot \text{mol})$  之间, 并含有振动跃迁的精细结构, 说明化合物中有苯环存在。当吸收峰的  $\epsilon > 10\,000 \text{ L}/(\text{cm} \cdot \text{mol})$  时, 则苯环上有一个取代的共轭生色团。
- d) 如果该化合物在 210 nm~250 nm 波长范围内有一强吸收峰, 表明该化合物是含有两个双键的共轭体系。如果  $\epsilon$  在  $10\,000 \text{ L}/(\text{cm} \cdot \text{mol}) \sim 20\,000 \text{ L}/(\text{cm} \cdot \text{mol})$  之间, 说明是一简单的不饱和酮或二烯。如果在 260 nm、300 nm 或 330 nm 附近有高强度吸收峰, 表示化合物可能是具有三个、四个或五个双键的共轭体系。
- e) 如果该化合物出现许多吸收峰, 它可能含有一长链共轭或多环芳烃生色团。



参 考 文 献

- [1] GB/T 29858 分子光谱多元校正定量分析通则
- [2] GB/T 13962—2009 光学仪器术语
- [3] GB/T 24369.1—2009 金纳米棒表征 第1部分:紫外/可见/近红外吸收光谱方法
- [4] HG/T 2955 分子吸收光谱分析方法标准编写格式
- [5] 褚小立,化学计量学方法与分子光谱分析技术,北京:化学工业出版社,2011.
- [6] 罗庆尧,邓延倬等,分光光度分析,北京:科学出版社,1992.
- [7] 严衍禄,近红外光谱分析基础和应用,北京:中国轻工业出版社,2005.
- [8] S.Kawata,V.M.Shalaev,Nanophotonics with surface plasmons,Amsterdam:Elsevier,2007.

