



中华人民共和国国家标准

GB/T 9721—2006
代替 GB/T 9721—1988

化学试剂 分子吸收分光光度法通则 (紫外和可见光部分)

Chemical reagent—
General rules for the molecular absorption spectrophotometry
(ultraviolet and visible)

2006-09-01 发布

2007-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 9721—1988《化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)》，与 GB/T 9721—1988 相比主要变化如下：

- 增加了引用文件(本版的 2)；
- 增加了术语及符号(本版的 3.4、3.16、3.18)；
- 修改了“仪器”部分的相关内容(1988 年版的 6.1、6.2、6.3；本版的 6)；
- 补充了对“吸收池”技术要求的规定内容(1988 年版的 7.1.4；本版的 7.1.4)；
- 补充了对“吸光度的读数范围”要求的适用条件(1988 年版的 7.1.6；本版的 7.1.6)；
- 增加了“摩尔吸收系数测定”(本版的 7.2.4)和“质量吸收系数测定”(本版的 7.2.6)；
- 取消了“精密度”(1988 年版的 8)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人：关瑞宝、强京林。

本标准于 1988 年首次发布。

化学试剂

分子吸收分光光度法通则

(紫外和可见光部分)

1 范围

本标准规定了化学试剂分子吸收分光光度法(紫外和可见光部分)对仪器的要求和测定方法。

本标准适用于吸收波长在 200 nm~850 nm 之间,化学试剂中杂质含量的测定及有机化学试剂、指示剂和特效试剂的定性及定量分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 14666 分析化学术语

JJG 178—1996 可见分光光度计

JJG 682—1990 双光束紫外可见分光光度计

JJG 689—1990 紫外、可见、近红外分光光度计

3 术语和定义

GB/T 14666 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

吸收峰($\lambda_{\text{最大}}$) **absorption peak**

吸收光谱中吸收值最大处的波长,单位为 nm。

3.2

吸收光谱 **absorption spectrum**

待测物质浓度和吸收池厚度不变时,吸光度(或吸光度的任意函数)对应波长(或波长的任意函数)的曲线。

3.3

厚度(L) **thickness**

吸收池的两个平行且透光的内表平面之间的距离,单位为 mm 或 cm。

3.4

物质的量浓度(c) **amount-of-substance concentration**

溶质的物质的量和溶液体积之比,单位为 mol/L。

3.5

摩尔吸收系数(ϵ) **molar absorptivity**

厚度以厘米表示,浓度以摩尔每升表示的吸收系数 ϵ ,单位为 L/(cm · mol)。

3.6

质量吸收系数(α) **mass absorptivity**

厚度以厘米表示,浓度以克每升表示的吸收系数 α ,单位为 L/(cm · g)。

3.7

特征部分内吸收系数(通称吸收系数或线形吸收系数)(K) characteristic partial internal absorbance coefficient

被溶解的待测物质在单位浓度、单位厚度时的特征吸收度,在给定试验条件下是常数。

4 方法原理

溶液中待测物分子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,形成紫外可见吸收光谱,根据紫外可见吸收光谱中的吸收峰和摩尔吸收系数,进行定性分析。

从光源辐射出的光,经过波长选择器成为单色光,当单色光通过待测溶液时,被溶液中具有一定特征吸收的化合物吸收,吸光度与待测物浓度的关系符合朗伯-比尔定律,见式(1):

$$A = \log \frac{\phi_0}{\phi_{tr}} = K \cdot b \cdot c \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- A——吸光度;
 - ϕ_0 ——入射辐射[光]通量;
 - ϕ_{tr} ——透射辐射[光]通量;
 - K——线性吸收系数;
 - b——光路长度;
 - c——溶液中待测物浓度。

当光路长度 b 与吸收系数 K 一定时,吸光度 A 与溶液中待测物浓度 c 成正比,因此利用此定律可进行定量分析。

5 试剂

5.1 水

校正仪器时配制溶液的水应符合 GB/T 6682—1992 中二级水的规格。检验样品时所用的水,根据产品标准的要求选用 GB/T 6682—1992 中二级水或三级水。

5.2 有机溶剂

根据产品标准的要求选择适宜溶剂,并检查所用溶剂在测定波长附近是否符合要求,不得有干扰吸收。

检定方法:用厚度为 1 cm 石英吸收池,以空气为参比,在规定波长下测定有机溶剂的吸光度,对不同波长下的对吸光度的要求应符合表 1 中的规定。

表 1

波长范围/nm	吸光度 A
220~240	<0.4
241~250	<0.2
251~300	<0.1
300 以上	<0.05

5.3 缓冲溶液

按产品标准规定配制,当在紫外光区测定时,所用试剂应无干扰吸收。

5.4 标准样品溶液

按产品标准中规定,与待测样品溶液同时配制。

6 仪器

依据样品的测定要求,应选用符合 JJG 178—1996、JJG 682—1990 或 JJG 689—1990 规定的单波长单光束或单波长双光束的紫外、可见分光光度计。

7 测定

7.1 测定条件的选择

7.1.1 光源

根据测定的波长选择光源,测定波长为 200 nm~350 nm 时,用氢灯(或氘灯),测定波长为 350 nm~850 nm 时,用钨灯(或碘钨灯)。

7.1.2 狭缝宽度

根据待测物的类别及检测要求选择适宜的狭缝宽度。在保持入射光和透射光狭缝宽度一致的情况下,调节狭缝宽度。狭缝宽度的选择,应以减少狭缝宽度时待测物的吸光度不再增加为准。通常测定时选用狭缝宽度为 1 nm。

7.1.3 测定的波长

在制定产品标准时,根据待测物吸收峰的位置确定测定波长,通常是在吸收度最大的波长范围内选择。若最大吸收峰很尖锐或有其他吸收峰干扰时,可选择吸收曲线中的其他波长。

7.1.4 吸收池

按照使用要求,可依据 JJG 178—1996 中 2.2 的“吸收池的配套性”的规定,或依据 JJG 682—1990 中 12“标准物质石英吸收池规格”的规定选用吸收池,也可应用具有 GBW 13304 标准物质证书的石英吸收池。

吸收池材质可根据测定的波长进行选择。测定波长为 200 nm~350 nm 时用石英吸收池,测定波长为 350 nm~850 nm 时用玻璃或石英吸收池。

使用吸收池时应注意,若样品溶液含有易挥发的有机溶剂、酸、碱时,应加盖,防止挥发,测定强腐蚀性溶液时,应尽快测定,测定后迅速洗涤吸收池。

7.1.5 样品溶液

按产品标准规定配制。该溶液应均匀和非散射性,即:不能有气泡和悬浮等影响光线吸收的物质存在。

7.1.6 吸光度的读数范围

为了减少测定的误差,在测定样品主体含量、摩尔吸收系数或质量吸收系数时,吸光度读数一般应在 0.2~0.8 之间,在制定产品标准时,可适当调节溶液的浓度或改变吸收池厚度,使溶液的吸光度值在此范围内。

7.1.7 其他仪器条件

按照测定方法要求及仪器说明书的规定条件进行操作。

7.2 测定方法

7.2.1 吸收曲线法

使用自动记录型仪器时,可自动扫描绘出吸收曲线。

使用非自动记录型仪器时,在规定的波长范围时,每隔 5 nm~10 nm 测定一次吸光度,在吸收峰附近时,应每隔 1 nm~2 nm 测定一次,以波长为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制吸收曲线。

此方法可适用于定性分析、最大吸收波长的测定。

7.2.2 工作曲线法

按产品标准的规定配制四个以上浓度成适当比例的标准溶液,以空白溶液(或溶剂)为参比溶液,同时用空白溶液(或溶剂)的吸光度进行校正。在规定波长下,分别测定吸光度。以标准溶液浓度 c 为横

坐标,相应的吸光度 A 为纵坐标,绘制工作曲线,同时配制适当浓度的样品溶液,在上述条件下测定吸光度,并在工作曲线上查出待测物浓度(图 1),待测物的浓度应在工作曲线范围内。该溶液浓度也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。此方法适用于杂质含量的测定。

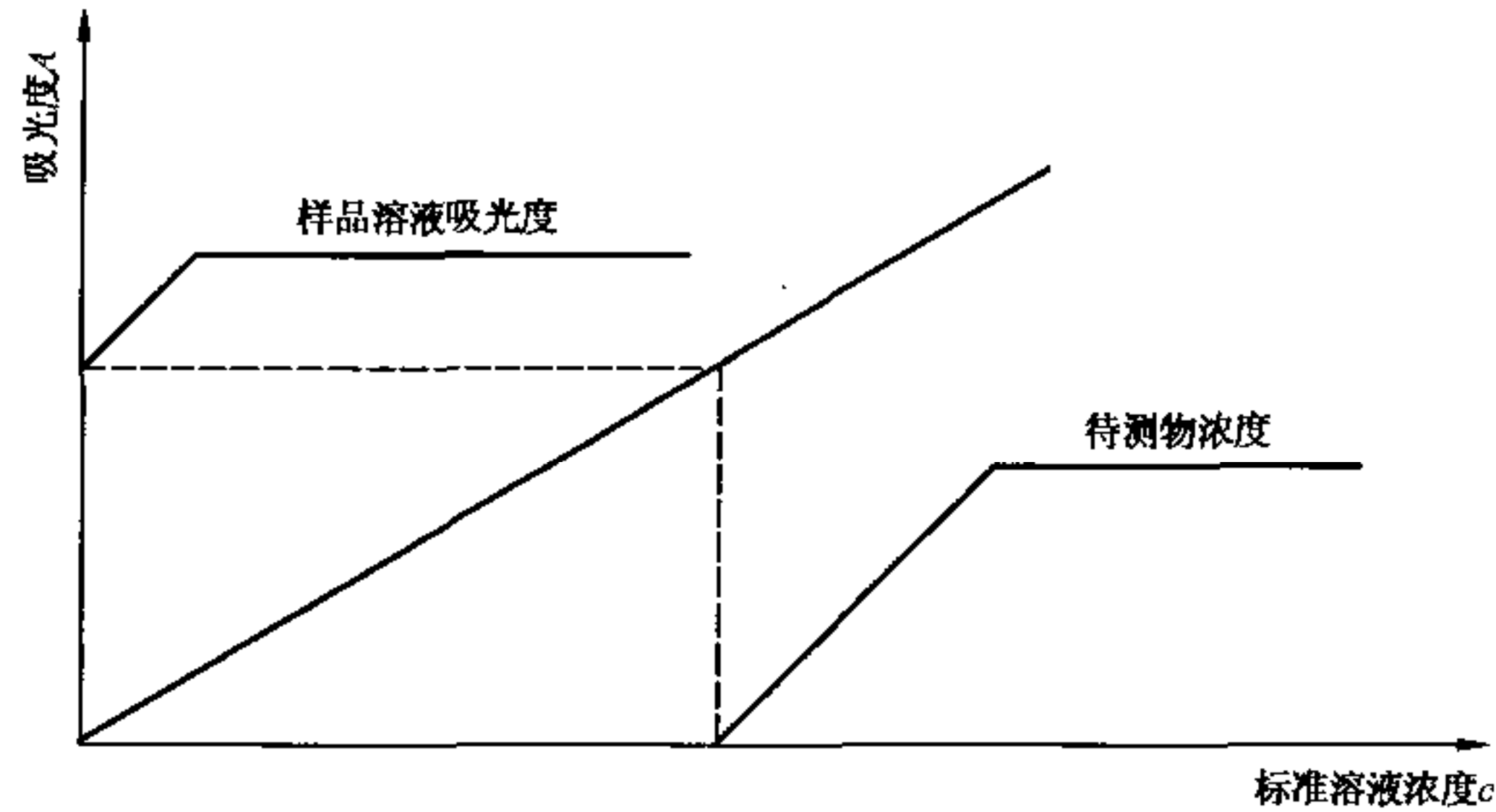


图 1

7.2.3 分光光度法含量测定

按产品标准给出的方法测定。特效试剂可在规定条件下与被测物生成有色配位化合物,测定其溶液的吸光度,按标准中给出的换算系数计算含量,也可用标准样品对照法进行计算;某些酸碱指示剂可采用柱层析法将杂质分离后测主体溶液的吸光度,用标准对照法计算含量。

7.2.4 摩尔吸收系数测定

按产品标准的规定条件测定。
摩尔吸收系数 ϵ ,数值以 $L/(cm \cdot mol)$ 表示,按式(2)计算:

$$\epsilon = \frac{A}{c \cdot b} \dots\dots\dots (2)$$

式中:
 A ——吸光度的数值;
 c ——被测物的物质的量浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 b ——光路长度(即吸收池厚度)的数值,单位为厘米(cm)。

7.2.5 灵敏度测定

按产品标准规定条件测定。灵敏度可用摩尔吸收系数表示。

7.2.6 质量吸收系数测定

按产品标准的规定条件测定。
质量吸收系数 α ,数值以 $L/(cm \cdot g)$ 表示,按式(3)计算:

$$\alpha = \frac{A}{b \cdot \rho} \dots\dots\dots (3)$$

式中:
 A ——吸光度的数值;
 ρ ——被测物的质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);
 b ——光路长度(即吸收池厚度)的数值,单位为厘米(cm)。