



TÀI: PH NG PHÁP PHÂN TÍCH QUANG PH
H C VIÊN TH C HI N: LÝ NG C TH Y TIÊN

N i dung:

1. Ph ng pháp phân tích quang ph
2. Máy quang ph .
3. Các ph ng pháp phân tích quang ph
4. Các vùng ph
5. Máy quang ph phát x
6. Máy quang ph h p th

1. **Ph ng pháp phân tích quang ph** : là ph ng pháp phân tích quang h c d a trên vi c nghiên c us t ng tác c a b c x ánh sáng trên ch t kh o sát ho c s h p th các b c x d i m t tác ng hóa lý nào ó.

2. **Máy quang ph** : Máy quang ph là m t d ng c dùng thu, phân li và ghi l i ph c a m t vùng ph quang h c nh t nh. Vùng ph này là m t ãi ph c a v t m u nghiên c ut sóng ng n n sóng dài. Tùy theo b ph n dùng phân li ánh sáng trong máy d a theo hi n t ng v t lí nào (khúc x hay nhi u x) mà ng i ta chia các máy quang ph thành hai lo i.

a) Máy quang ph l ng kính. ó là nh ng máy quang ph mà h tán s c c a chúng c ch t ot 1 hay 2 ho c 3 l ng kính. S phân li ánh sáng ây d a theo hi n t ng khúc x c a ánh sáng qua hai môi tr ng có chi t su t khác nhau (không khí và th y tinh hay không khí và th ch anh).

b) Máy quang ph cách t . Là nh ng máy quang ph mà h tán s c là m t cách t ph ng hay lõm ph n x . B n ch t c a s tán s c ánh sáng ây là s nhi u x c a tia sáng qua các khe h p.

3. **Các ph ng pháp phân tích quang ph g m :**

- Ph nguyên t : Ph phát x , Ph h p th , Ph hu nh quang
- Ph phân t : Ph phát x , Ph h p th vùng UV-VIS, Ph h p th h ng ngo i, Ph tán x Raman
- Ph tia X : Ph phát x , Ph tán x , Ph hu nh quang
- Ph c ngh ng t i n t và Ph c ngh ng t proton

4. **Các vùng ph :**

STT	Tên vùng ph	dài sóng
-----	-------------	----------

1	Tia gama ()	< 0.1 nm
2	Tia X	0.1+5nm
3	T ngo i	80+400nm
4	Kh ki n	400+800nm
5	H ng ngo i	1+400 μ m
6	Sóng ng n	400+1000 μ m
7	Sóng Rada	0.1+1cm
8	Sóng c c ng n	0.1-50cm
9	Tivi-FM	1+10m
10	Sóng radio	10+1500m

5. Máy quang ph phát x

a) Nguyên lý ho t ng :

Trong i u ki n bình th ng, các i n t chuy n ng trên các qu o ng v i m c n ng l ng th p nh t. Khi ó nguyên t tr ng thái b n v ng, tr ng thái c b n, tr ng thái này nguyên t không thu và c ng không phát n ng l ng. N u cung c p n ng l ng cho nguyên t thì tr ng thái ó không t n t i n a. Theo quan i m c a thuy t l ng t , khi tr ng thái khí, i n t chuy n ng t p trung t o thành các ám mây i n t trong nguyên t , c b i t là các i n t hóa tr, n u chúng nh n c n ng l ng bên ngoài (i n n ng, nhi t n ng, hóa n ng,...) thì i n t s chuy n lên m c n ng l ng cao h n. Khi ó nguyên t t n t i tr ng thái kích thích (tr ng thái không b n v ng). Nguyên t ch t n t i tr ng thái này trong m t kho ng th i gian “s ng” r t nh (nhi u nh t là 10-8 giây). Sau ó nó luôn luôn có xu h ng tr v tr ng thái c b n ban u, tr ng thái b n v ng, và gi i phóng n ng l ng mà chúng ã h p th c trong quá trình trên d i d ng c a các b c x quang h c. B c x này chính là ph phát x c a nguyên t , t n s c tính theo công th c:

$$E = (E_n - E_0) = h \nu = h.c/\lambda$$

b) C ch th c hi n:

1. Tr c h t m u phân tích c n c chuy n thành h i (khí) c a nguyên t hay ion t do trong môi tr ng kích thích, ãy là quá trình hóa h i và nguyên t hóa m u. Sau ó dùng ngu n n ng l ng phù h p kích thích ám h i ó chúng phát x , ãy là quá trình kích thích ph c a m u.

2. Thu, phân li và ghi toàn b ph phát x c a v t m u nh máy quang ph . Ph có th c ghi

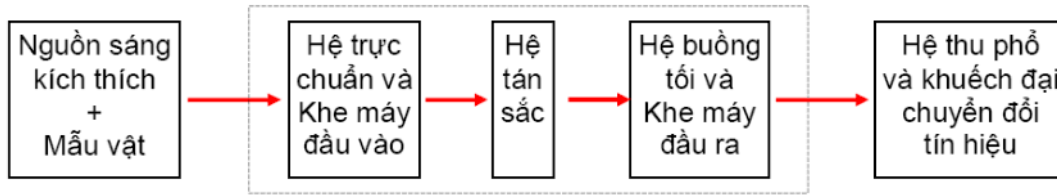
lên kính nh hay phim nh, ho c ghi tr c t i p các tín hi u c ng phát x c a m t v ch ph d i d ng các l c trên b ng gi y, ho c ch ra các sóng c ng v ch ph trên máy in (printer), ghi l i vào a t c a máy tính.

3. ánh giá ph ã ghi v m t nh tính và nh l ng theo nh ng yêu c u ã t ra.

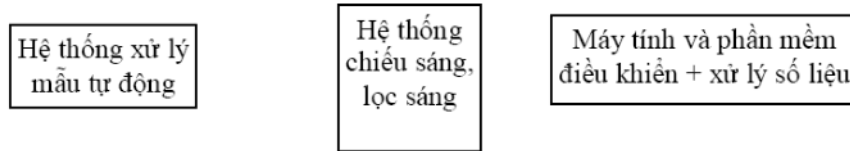
c) C u t o c b n:

- Máy quang ph n kênh : ch có 1 khe máy l i ra và cách t c quay t ng thành ph n n s c s l t qua khe ra ngoài và c thu nh n trên t bào quang i n.

- Máy quang ph a kênh : cách t ng yên và l i ra không dùng khe sáng mà dùng CCD (ho c PDA) t m t ph ng tiêu c a bu ng t i chuy n tín hi u quang ã phân tích thành tín hi u i n.



Bộ phận phối hợp :



1. Nguồn sáng cung cấp i u kích thích nguyên t , phân t v t ch t c a m u nghiên c u phát x . Yêu c u i v i nguồn sáng :

Trong phân tích quang ph phát x nguyên t , nguồn sáng c g i là nguồn kích thích ph và có m t vai trò h t s c quan tr ng. Vì nh nguồn n ng l ng kích thích ng i ta có th chuy n v t li u m u phân tích th ành tr ng thái h i c a các nguyên t và kích thích á m h i phát sáng (phát x), ngh à là nguồn n ng l ng nh h ng tr c t i p n k t qu c a phép phân tích. Vì v y nguồn n ng l ng mu n dùng c vào m c ích phân tích quang ph phát x nguyên t c n ph i th c hi n c hai nhi m v sau ày:

Tr ch t nguồn n ng l ng *ph i hóa h i, nguyên t hóa và chuy n c hoàn toàn các nguyên li u m u phân tích* vào vùng phóng i n (plasma). Có nh th thành ph n c á m h i trong plasma m i ng nh t v i thành ph n c a v t m u. ng th i nguồn n ng l ng *ph i có n ng l ng l n* (nhi t) có th kích thích c t t nh t các nguyên t c a nguyên t c n phân tích i n phát x ra ph c a nó.

Song nh th v n ch a hoàn toàn . Vì m t ph ng pháp phân tích ch có giá tr khi nó có *nh y và l p l i cao*. Chính vì th , ngoài hai nhi m v trên m t nguồn sáng mu n dùng c làm nguồn kích thích ph phát x nó còn c n ph i th a m m t s yêu c u nh t nh sau ày:

1) Tr ch t nguồn sáng ph i m b o cho phép phân tích có *nh y cao v à c ng c a v ch ph ph i nh y v i s bi n thi n n ng c a nguyên t phân tích*; nh ng l i không nh y v i s dao ng c a i u ki n làm vi c.

2) Nguồn n ng l ng ph i n nh và b n v ng theo th i gian, m b o cho ph ng pháp phân tích có *l p l i và n nh cao*. Ngh à là các thông s c a nguồn sáng ã ch n nh t thi t ph i duy trì và l p l i c.

3) Nguồn n ng l ng ph i không a thêm ph ph vào làm l n v i ph c a m u nghiên c u. N u không s làm khó kh n thêm công vi c á m h i nh tính và nh l ng và có khi làm sai l c c k t qu phân tích.

4) Nguồn kích thích ph i có s c u t o không quá ph c t p; nh ng l i có kh n ng thay i c nhi u thông s , có th ch n c nh ng i u ki n phù h p theo t ng i t ng phân tích hay t ng nguyên t .

5) Yêu c u cu i cùng là nguồn n ng l ng kích thích ph i làm tiêu hao ít m u phân tích và trong m t s tr ng h p ph i không làm h h i m u phân tích, nh trong

18

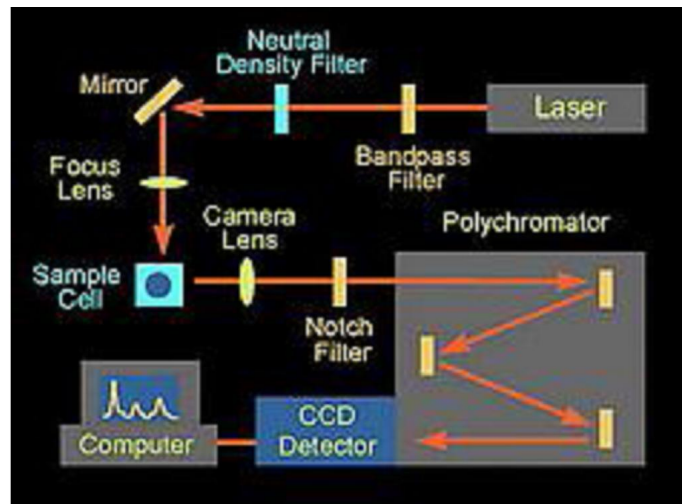
Nh ng ngu n sáng th ng g p là : ng n l a, plasma cao t n, h quang, tia i n, laser ...

2. H chu n tr c g m m th th ng th u kính ghép v i nhau hay h g ng h i t và m t khe h p (khe vào c a chùm sáng và có th i u ch nh c) t tiêu c c a h th u kính này. H chu n tr c có nhi m v nh n và t o ra chùm sáng song song h ng vào h tán s c phân li thành ph .

3. H tán s c là m th th ng l ng kính hay cách t . H này có nhi m v phân li (tán s c) chùm sáng a s c ph c t p có nhi u b c sóng khác nhau thành m t d i ph c a chúng theo t ng sóng riêng bi t l ch i nh ng góc khác nhau. N u h tán s c c ch t o b ng l ng kính thì tia sóng ng n s b l ch nhi u, sóng dài l ch ít, còn n u h tán s c c ch t o b ng cách t thì ng c l i.

4. H bu ng nh là m th th ng th u kính hay m th g ng h i t và m t m t ph ng tiêu c a các chùm sáng. H này có nhi m v h i t các tia sáng có cùng b c sóng sau khi i qua h phân li l i v i nhau t o ra nh c a khe máy trên m t ph ng tiêu. ó chính là các v ch ph .

5. H thu ph có th là kính nh, phim nh, t bào quang i n, các m ng diode PDA ho c CCD. H này c t m t ph ng tiêu c a bu ng t i và có nhi m v ghi l i các v ch ph .



6. Máy quang ph h p th :

a) Nguyên lý ho t ng :

Khi nguyên t tr ng thái h i t do, n u ta chi u m t chùm tia sáng có nh ng b c sóng xác nh vào ám h i nguyên t ó, thì các nguyên t t do ó s h p th các b c x có b c sóng nh t nh ng úng v i nh ng tia b c x mà nó có th phát ra c trong quá trình phát x a nó. Lúc này nguyên t ã nh n n ng l ng c a các tia b c x chi u vào nó và chuy n lên tr ng thái kích thích có n ng l ng cao h n tr ng thái c b n. ó là tính ch t c tr ng c a nguyên t tr ng thái h i, quá trình ó c g i là quá trình h p th n ng l ng c a nguyên t t do tr ng thái h i và t o ra ph h p th nguyên t c a nguyên t ó. ng v i m i giá tr n ng l ng E mà nguyên t ã h p th ta s có m t v ch ph h p th v i dài sóng i c tr ng cho quá trình ó, ngh a là ph h p th c a nguyên t c ng là ph v ch. Nh ng nguyên t không h p th t t c các b c x mà nó có th phát ra c trong quá trình phát x . Quá trình h p th ch x y ra i v i

các vạch phổ nhô lên, các vạch phổ lõm xuống và các vạch cụ thể cùng các nguyên tố. Do đó, muốn có phổ hấp thụ nguyên tố trực tiếp thì phải có ánh sáng nguyên tố đó, và sau đó chiếu vào nó một chùm tia sáng có những bước sóng nhất định ứng với các tia phát xạ nhô lên của nguyên tố cần nghiên cứu.

b) **nh luật Lambert – Beer :**

Khi chùm sáng có cường độ \$I_0\$ truyền tới môi trường có bề dày \$d\$ thì bước sóng hấp thụ phần nên cường độ ánh sáng ra khỏi môi trường là \$I < I_0\$. Nếu \$I_0\$ nhất và các hằng số thì:

$$I = I_0 \exp(-\epsilon \cdot C \cdot d)$$

truyền qua :

$$T = I/I_0$$

hấp thụ :

$$A = -\log T = \log_{10} e \cdot (\epsilon \cdot C \cdot d) = 0,434 \cdot (\epsilon \cdot C \cdot d)$$

Trong đó:

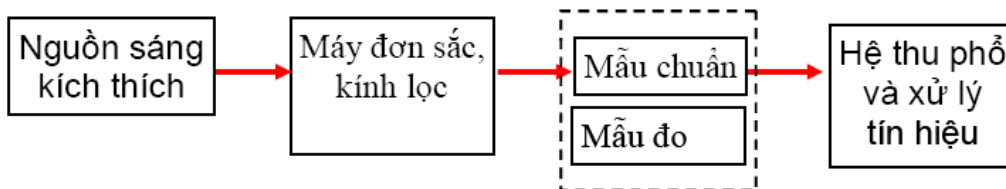
C là nồng độ dung dịch (mol/l hoặc %)

d là bề dày của lớp dung dịch (cm)

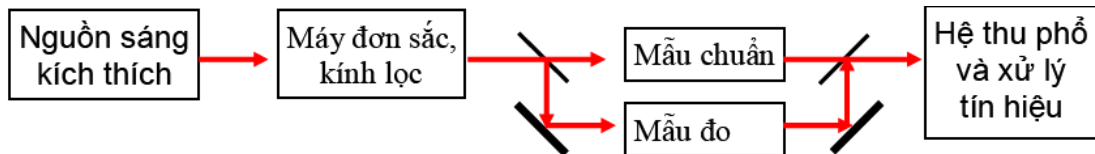
ϵ là hằng số hấp thụ đặc trưng cho một chất tan trong dung dịch phụ thuộc bước sóng ánh sáng chiếu tới

c) **Cut off beam :**

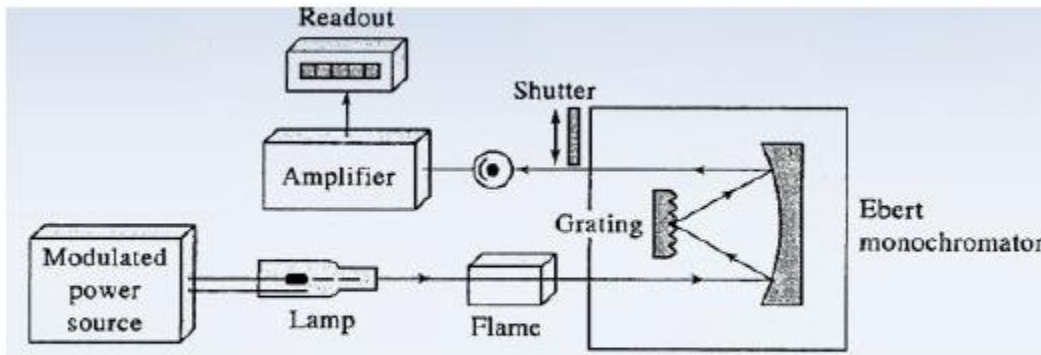
- Máy quang phổ chùm tia phi ô 21 n : 1 l n v i m u chu n (chứa dung môi) và 1 l n v i m u c n o (chứa dung dịch cần phân tích) -> \$I_0\$ trong 2 l n o phi ô không chiếu -> kết quả phân tích không chính xác



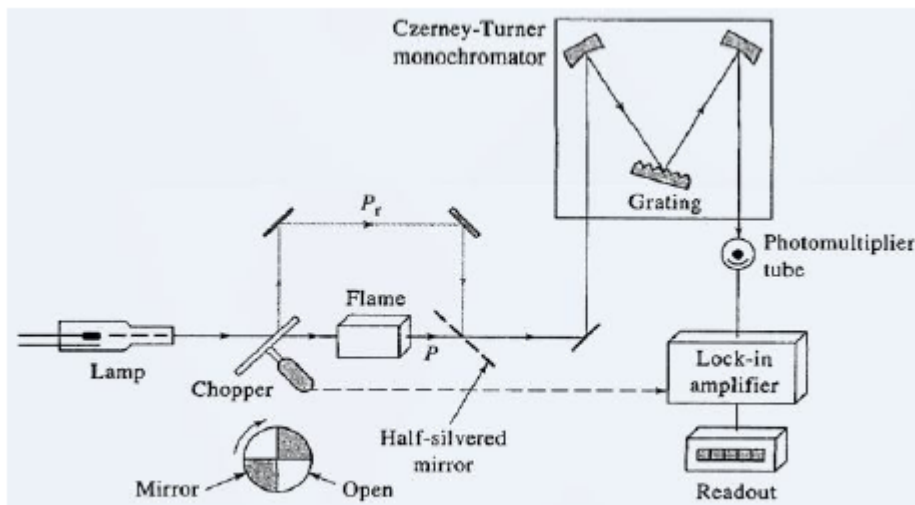
- Máy quang phổ 2 chùm tia thì ánh sáng tia chiếu tách làm 2 chùm : 1 chiếu qua mẫu chuẩn và 1 chiếu qua mẫu cần đo, sau đó cùng chiếu vào máy thu so sánh cường độ -> chiếu phi ô 1 l n -> kết quả phân tích chính xác và tính hằng số hấp thụ \$A\$



- Yêu cầu về nguồn sáng :** Ánh sáng tia chiếu nên phải có bước sóng liên tục (hoặc dùng nguồn laser có bước sóng thích hợp), nguồn thường dùng là đèn Wolfram – Halogen cho phổ liên tục trong vùng khả kiến và hồng ngoại, đèn H2 hoặc D2 cho phổ liên tục vùng tử ngoại.



Máy quang phổ hấp thụ 1 chòm tia



Máy quang phổ hấp thụ 2 chòm tia