



可见光发射光谱与吸收光谱的测定

一、实验目的

1. 了解发射光谱、吸收光谱、荧光光谱的基本原理。
2. 了解光纤光谱仪的一般构造并掌握其使用方法。
3. 测定几种常见光源的发射光谱。
4. 测定三氯化六氨合钴、 CuInS_2 量子点的吸收光谱以及 CuInS_2 量子点的荧光光谱。

二、实验原理

光是一种电磁辐射，将其通过色散系统（如光栅、棱镜）进行分光后，依照光的波长（或频率）的大小顺次排列形成的图案称为光谱。部分电磁辐射范围如下：远紫外光（100~200 nm），近紫外光（200~400 nm），可见光（400~800 nm），近红外光（800~2500 nm），远红外光（2500~3500 nm）。

（一）按产生方式，光谱可分为发射光谱、吸收光谱和散射光谱。

1. 发射光谱

物理学上，将能发出一定波长范围的电磁波（包括可见光、紫外光以及不可见的红外线、X 光线等）的物体称为光源，由它直接发出的光形成的光谱叫做发射光谱。

按发光原理，可见光光源大体可分为三大类，包括热辐射光源、气体放电光源以及固体发光光源。

（1）除了太阳外，白炽灯、卤钨灯等均属于热辐射光源，其发光原理为：当电流流过灯丝，电流产生的热量聚集使光源发出连续的光，其发光光谱类似于黑体辐射。

（2）气体放电光源包括低压气体放电及高压气体放电。荧光灯是低压气体放电光源的一种，其发光原理是：荧光灯管内的液态汞在通电后，蒸发为低压汞蒸气，这些气态汞原子的电子在电场作用下，能不断从原始的基态激发到激发态，继而自发跃迁回到基态并辐射出紫外线，这些紫外线被荧光灯中的荧光粉吸收后最终可发出可见光。高压气体放电是通过灯管中的弧光放电，再结合灯管中填充的惰性气体或金属蒸汽可产生很强的光线，如高压钠灯、高压汞灯、氙气灯等。

（3）固体发光光源又称平板发光器件，是某种固体材料与电场相互作用而发光的现象。发光二极管（Light Emitting Diode，缩写为 LED）是固体发光光源的一种，其核心部分是由 p 型半导体（参与导电的主要是带正电的空穴）和 n 型半导体（参与导电的主要是带负电的电子）组成的晶片。当电流通过导线作用于这个晶片的时候，电子就会被推向 p 区，在 p 区里电子跟空穴复合，然后就会以光子的形式发出能量，从而辐射出光。

2. 吸收光谱



在白光通过气体时，气体将从通过它的白光中吸收与其特征谱线波长相同的光，使白光形成的连续谱中出现暗线。此时，这种在连续光谱中某些波长的光被物质吸收后产生的光谱被称作吸收光谱。

太阳光谱就是一种吸收光谱，这是因为太阳发出的光穿过温度比太阳本身低得多的太阳大气层，而在这大气层里存在着从太阳里蒸发出来的许多元素的气体，太阳光穿过大气层时候与这些元素的标识谱线相同的光都被这些气体吸收掉了。因此我们看到的太阳光谱是在连续光谱的背景上分布着许多条暗线的谱图。

3. 散射光谱

当光照射到物质上时，会发生非弹性散射，在散射光中除有与激发光波长相同的弹性成分（称为瑞利散射）外，还有比激发光波长长的或短的成分，后一现象统称为拉曼效应。这种现象于 1928 年由印度科学家拉曼所发现，因此这种产生新波长的光的散射被称为拉曼散射，所产生的光谱被称为拉曼光谱或拉曼散射光谱。

(二) 光谱仪(Spectroscope)是将复合光在空间上按照不同的波长分离/延展开来，配合各种光电仪器附件得到波长及强度等信息的科学仪器。

传统的光谱仪光学系统结构较复杂，需通过旋转光栅对整个光谱进行扫描，测量速度较慢。与此相比，光纤光谱仪可将进入光谱仪中的发散光束会聚准直到衍射光栅上，衍射分光后再聚焦，光谱像投射到线性电荷耦合元件（Charge-coupled Device, 缩写为 CCD）阵列上，数据信号经转换后传到计算机上，直接展现光谱图。

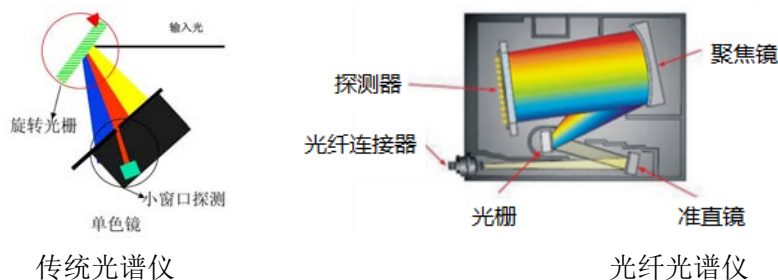


图 1 光谱仪构造示意图

三、实验仪器和试剂

仪器及材料：FLA 5000+微型光纤光谱仪、氙灯、荧光灯、卤钨灯、LED 灯（白光、450 nm）、烧杯、玻璃棒、鳄鱼夹导线，5 号电池，电池盒

试剂：三氯化六氨合钴（自制），CuInS₂ 量子点（自制），正己烷（A.R.）

四、实验步骤

1. 发射光谱的测定

(1) 打开电脑，连接 FLA 5000+微型光纤光谱仪，右击桌面“晶飞光谱分析软件”，并以



“管理员身份运行”（若出现“您想允许来自未知发布者的以下程序对此计算机进行更改吗？”，点击“是”）；

(2) 打开界面后，选择“文件”-“新建项目”-“光谱图”；

(3) 选择横轴范围：“350-850”；

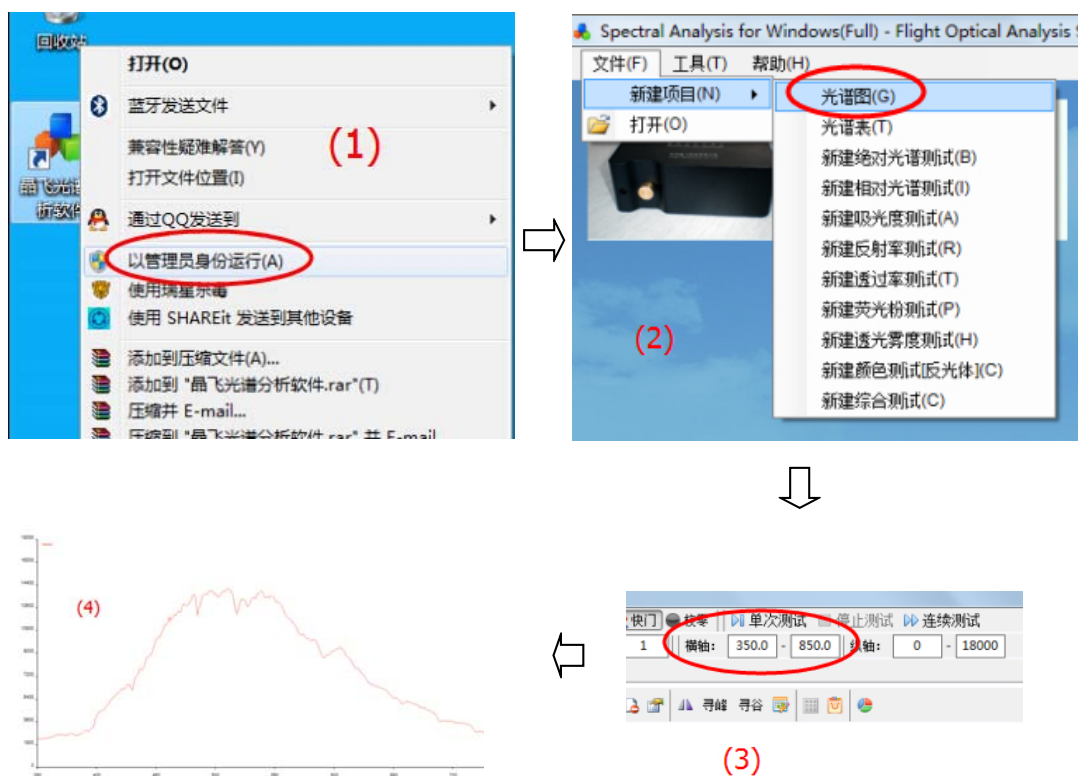
(4) 将光纤对准需要测定的光源，点击“F5”开始测试，若光谱强度太大，溢出光谱测试范围时，需微调光纤，使光谱强度在合适的范围；

(5) 当光谱稳定后，点击“F4”停止测试，然后点击保存图标，可保存测试结果；

(6) 右击图形空白处，点击“属性”-“粘贴板和光谱表”，设定起始波长为“350 nm”、结束波长为“850 nm”-“确定”；

(7) 点击“光谱表(A)”，可查看数据表；亦可点击复制图标，复制光谱数据到粘贴板，然后粘贴到 excel 等文件中进行保存。

(8) 重复上述(4)-(7)步骤，可以测定不同光源的发射光谱。本实验测定的光源有：荧光灯、太阳、氙灯、LED 及卤钨灯。记录每种光源的发射光谱，并标出特征峰。



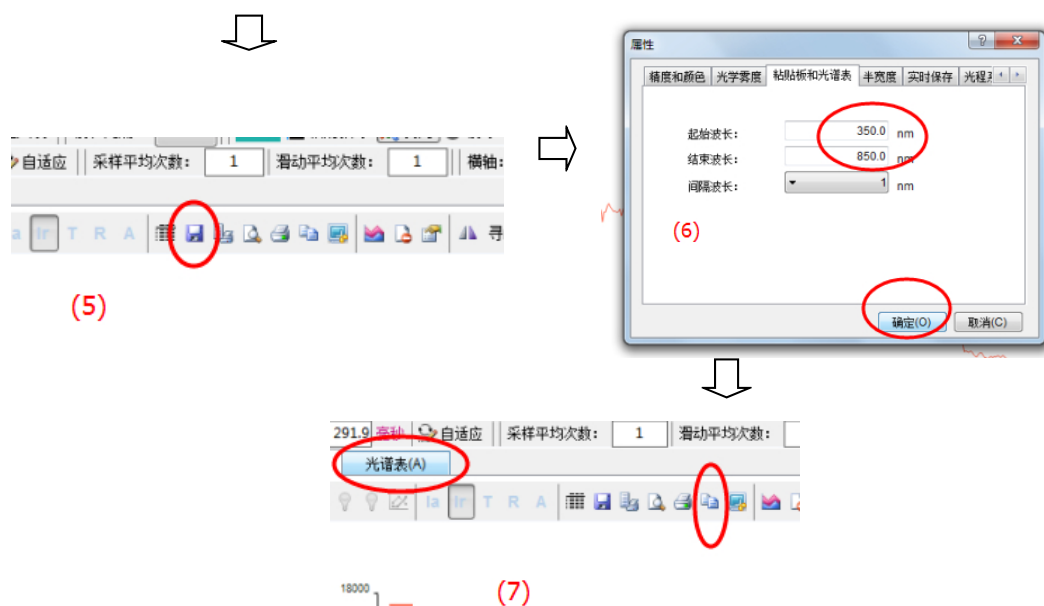


图 2 发射光谱测定软件操作流程

2. 吸收光谱的测定

2.1 三氯化六氨合钴吸收光谱的测定

(1) 在 100 mL 烧杯中，称取 0.1 g 三氯化六氨合钴样品，并加入 20 mL 去离子水，溶解，备用；另取 100 mL 烧杯，加入 20 mL 去离子水，作为参比，用以扣除光路中除被测物以外的物质的吸收光谱；

(2) 将光谱仪连接到电脑后，点击“文件”-“新建项目”-“新建吸光度测试”；

(3) 在光纤和光源之间，放置作为参比的烧杯，然后在“设置参数向导”界面中，通过调节光源和光纤的相对位置，点击“自适应”，使得“当前峰值”处于合适的大小后，点击“下一步”；

(4) 在“保存参比光谱向导”界面，点击“保存参比”图标“点亮的灯泡”；

(5) 在“参比光谱预览”中出现谱图后，点击“下一步”；

(6) 在不移动光源和光纤位置的前提下，关闭光源开关，使光纤中无光进入，然后在“保存暗背景向导”界面，点击“保存暗背景”图标“暗的灯泡”，在“暗背景光谱预览”中出现谱图后，点击“完成”；

(7) 将参比溶液换成被测溶液，置于光纤和光源中间，在“吸光度模式”下，进行吸光度的测试，操作步骤同“1. 发射光谱的测定”中的“(4)-(7)”步骤。

(8) 完成“三氯化六氨合钴(III)的制备和性质”中的“三氯化六氨合钴(III)分裂能的测定”相关实验内容。



图 3 吸收光谱测定软件操作流程

2.2 CuInS₂ 量子点吸收光谱的测定

将量子点的正己烷溶液转移至洁净的 25 mL 烧杯中，以正己烷作为参比，同 2.1 步骤测定 CuInS₂ 量子点的吸收光谱，记录吸收光谱图。完成“CuInS₂ 量子点的合成”中的“量子点 CuInS₂ 吸收光谱及荧光光谱的测定”相关实验内容。



3. CuInS₂ 量子点荧光光谱的测定

荧光光谱也称为光发射光谱，是物质吸收了紫外或可见区的电磁辐射后，电子跃迁到激发态，再以辐射的方式释放能量并回到基态的这一光致发光现象。

用 450 nm 光源侧面照射置于 25 mL 烧杯中的量子点的正己烷溶液，同时在入射光源约 90°方向用光纤光谱仪检测其发射光谱(如图 4 所示)。具体操作见“4.1 发射光谱的测定(2)~(7)”。测定并记录样品的荧光光谱图。完成“CuInS₂ 量子点的合成”中的“量子点 CuInS₂ 吸收光谱及荧光光谱的测定”相关实验内容。

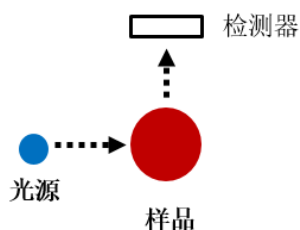


图 4 荧光光谱测定示意图

五、思考题

1. 本实验中所测定的几种光源，其发射光谱有何不同，各有什么特点？
2. 结合三氯化六氨合钴的相关实验，试说明吸收光谱在判断配合物中心金属原子（离子）电子排布中的作用。
3. 吸光度测试时，若吸光度太大，超过仪器检测范围，有哪些方法可对吸光度的强度进行调整？
4. 已知 CuInS₂ 半导体禁带宽度为 1.5 eV，请判断所制备的 CuInS₂ 是否为量子点。请计算说明。
5. 请分析比较量子点吸收光谱和发射光谱测定的异同（提示：可从原理、光源、装置等方面分析）。

六、注意事项

1. 光纤和光源的相对位置要调整到合适位置，此时光纤中的光通量适宜，有利于观察实验结果。否则，若光纤中光通量太大，光强会溢出；若太小，分辨率不高。
2. 为减少光源之间的相互干扰，测定完一种光源的发射光谱后，要及时关闭光源。
3. 吸光度测试时，光源和光纤的相对位置一旦调整完毕，测定过程中不宜改变。
4. 光纤容易折断，请务必小心!!!

参考资料

- [1] 邢梅霞，夏德强，光谱分析[M]，中国石化出版社，2012
- [2] 徐光宪，王祥云，物质结构(第二版)[M]，科学出版社，2010