

流动式分光光度计

方建安

(中国科学院南京土壤研究所)

分光光度法可以测定许多元素,是实验室最常用的分析方法之一。目前国内常用的是721分光光度计,它虽然具有较好的性能,但操作麻烦,分析速度较慢。为此,我们把721分光光度计改装成流动式分光光度计,它具有较高的测定精度和快的分析速度,工效提高10倍左右。

一、流动式分光光度计

流动式分光光度计由721分光光度计加流动比色管和 $3\frac{1}{2}$ 位(或 $4\frac{1}{2}$ 位)数字电压面板表组成,如图1所示。为了提高分光光度法的分析速度,首先利用流动比色管代替一般比色管。流动比色管结构如图2所示。利用虹吸的办法(或小型抽气泵)使已显色的溶液流经比色管,当一定波长单色光在通过有色溶液时,消光度与溶液浓度成正比,这就是通常的比尔定律。

$$\text{即: } A = \log \frac{I_0}{I} = KCL \dots\dots\dots (1)$$

式中A为消光度, I_0 为入射光的强度, I 为透射光的强度,K为消光系数,L为溶液在光路中的厚度,C为溶液的浓度。

透过光由光电器件产生电信号,经放大器放大后,以电位的形式输出,由显示器显示透光度或消光度。为了使读数直观,清晰和快速,故将原来的电表显示器改为 $3\frac{1}{2}$ 数字电压面板表。要进行样品分析时,只要将进样管插入已显色的样品溶液中,先用该溶液清洗,待读数稳定后就可以读数,这个过程只要十秒钟左右。

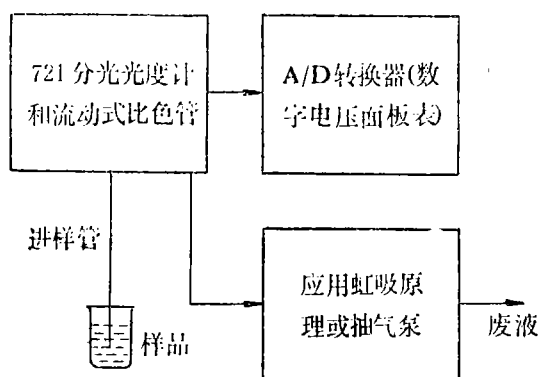


图1 流动式分光光度计结构框图

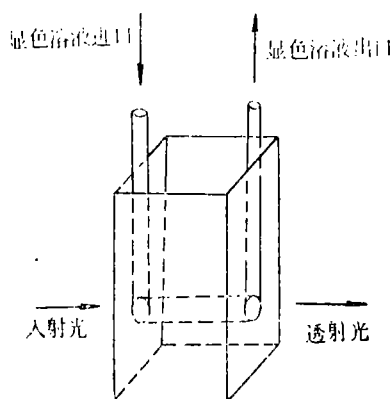


图2 流动比色管示意图

721分光光度计有分立元件放大器(老产品)和运算放大器作为微电流放大器两种。对于后

者, 只要用耳机插座将跨接在电表两端的信号引出, 接到数字电压面板表的输入端就可以了。但对前者, 需要作必要的改装, 把直流稳压电源(包括钨丝灯泡)和放大器的接地点全部与地断开, 然后将电桥放大器输出, 即电表一端接地, 再把电表两端信号按上述方法引出, 接到数字电压面板表输入端。721分光光度计电表满度偏转时, 输出信号电位为200毫伏, 这 I_0 取为200。

二、使用方法与效果

使用方法和常规分光光度计相似, 首先调节分光光度计中单色器的波长为显色溶液互补色的波长。在光路闸门关闭时, 调节调零电位器使数字电压面板表为零。然后将光路闸门打开, 将进样管插入蒸馏水中, 在废液出水口, 用注射器抽入管道或用洗瓶将水从进样管吹入管道, 使管道中充满水, 然后就开始虹吸。在每一次将进样管从一个溶液移到另一个溶液中时, 用手或夹子钳住管道, 待进样管放入显色溶液中时就可松开, 进行流动比色分析。

在常规分光光度法分析中, 要求几个比色管具有很好的一致性, 否则造成测定误差。而连续流动式分光光度法只需要用一个流动比色管, 因此可以消除由于几个比色管性能的不一致带来的测定误差。每当分析一个样品时, 首先用显色样品溶液清洗, 数字电压面板表上读数稳定标志着清洗完毕, 可以读数, 因此提高了分析的可靠性与精度。常规分光光度法的分析速度为每小时25个样品, 而流动分光光度法的分析速度为每小时250个样品, 提高10倍。流动分光光度法的分析精度和重现性如表1所示。

综上所述, 流动分光光度法具有快的分析速度, 高的测定精度和好的重现性。

表1 流动分光光度法的分析精度和重现性*

磷 标 准 溶 液 (ppm)	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	1.2
第一次透光度读数(由小到大)	200	186	171	157	145	133	121
第二次透光度读数(由小到大)	200	186	170	157	145	133	121
第三次透光度读数(测定样品10分钟后)	200	186	171	157	144	133	121
三 次 平 均 值	200	186	170.7	157	144.7	133	121
最 大 偏 差	0	0	0.7	0	0.7	0	0
标准曲线的相关系数	0.9989						

* 数据由莫淑勋和钱承梁同志提供。

三、流动式分光光度计与PC—1500袖珍计算机的联机工作^①

前述的流动式分光光度计虽然测试速度较721分光光度计提高了十倍, 但分析数据还需人工计算结果, 化很多时间。为了进一步提高分析效率, 将前述的流动式分光光度计与PC—1500袖珍计算机联机工作, 分析速度从原来提高10倍到14倍。

分光光度计与PC—1500袖珍计算机的联机系统框图如图3所示。只要将A/D转换器(数字电压面板表)的BCD码(动态BCD码或静态BCD码)通过我们研制和生产的85—1型仪器与计算机接口送入计算机, 根据不同的应用程序, 进行数据采集、处理与控制。

① 方建安, 王放生, 杨坤玺, PC—1500袖珍计算机与分光光度计的联机工作(“分析仪器”, 待发表)。

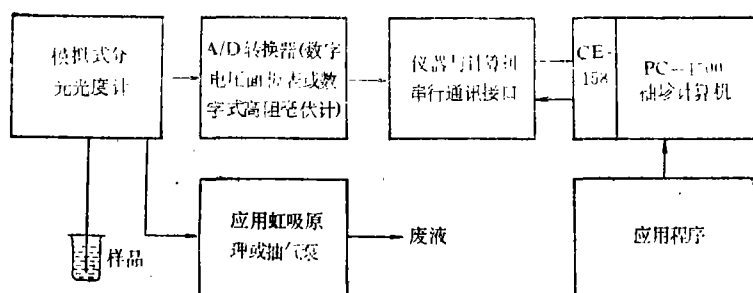
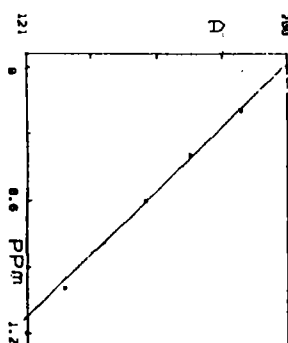


图3 分光光度计与PC-1500袖珍计算机联机系统框图

Date: 85.12.24
Analyst: M0
Element: P
 $A=a+b \times C$
 $a=198.5$
 $b=-65.89$
 $R=-0.9989$

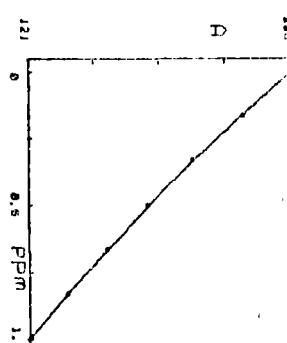
C	A
0	200
0.2	186
0.4	171
0.6	157
0.8	145
1	133
1.2	121



Sample	C(ppm)
1	0.1295
2	0.1295
3	0.4027
4	0.4255
5	0.3268
6	0.3268
7	0.3344
8	0.342
9	0.3041
10	0.3117
11	0.3117
12	0.3724
13	0.2813
14	0.2965
15	0.3799

Date: 85.12.24
Analyst: M0
Element: P
 $A=a+b \times C+c \times C^2$
 $a=200.3$
 $b=-76.25$
 $c=8.631$
 $R=0.9999$

C	A
0	200
0.2	186
0.4	171
0.6	157
0.8	145
1	133
1.2	121



Sample	C(ppm)
1	0.1367
2	0.1367
3	0.3877
4	0.4093
5	0.3164
6	0.3164
7	0.3235
8	0.3306
9	0.2953
10	0.3023
11	0.3023
12	0.359
13	0.2742
14	0.2882
15	0.3662

图4 线性最小二乘拟合标准曲线和二次曲线最小二乘拟合标准曲线及打印结果

考虑到目前国内大多数分光光度计没有接上计算机,系统应用程序设计为既能联机工作,又能脱机使用的分光光度标准曲线法分析程序,以满足广大分析工作者的需要。

程序的主要功能有数据的采集与转换,线性最小二乘拟合标准曲线、二次曲线最小二乘拟合标准曲线、标准曲线的绘制与数据打印以及各种图表数据的复制等。图4分别为线性最小二乘拟合标准曲线、二次曲线最小二乘拟合标准曲线及打印结果。由于程序的功能较多,提高了分析自动化程度,分析速度和测定精度。

为了进一步改造现有的分析仪器,使它们与计算机联机工作,我们已把4½数字电压面板表、仪器与计算机通讯接口和PC—1500袖珍计算机组装成计算机数据采集与处理系统。这个系统既可以保持PC—1500袖珍计算机一切功能,又可以根据用户不同的需要,开发不同的应用程序,就能使多种分析仪器与计算机联机工作,如分光光度计、原子吸收分光光度计、火焰光度计、电位分析仪,色谱与能谱等。还可以用作数据采集装置等。

注:如有需要,我们可以代为改装流动式分光光度计,供应计算机数据采集与处理系统及提供部分软件。请与中国科学院南京土壤研究所开发公司联系。

CK-1型土壤温度自动记录仪的研制和使用

朱德芝

(中国科学院成都分院土壤室)

温度是影响土壤肥力和作物生长的重要因素。原态原位的记录土壤和植株温度的方法尚不够理想,特别是同时多点及时记录温度的变化更为困难。

研制CK-1型土壤温度自动记录仪(以下简称CK-1型仪)的目的,是实现原态原位和多点自动指示、记录土壤、作物、水体温度,地面大气温度,以便对土壤温度条件的动态规律进行观察和研究。

一、CK-1型仪的性能特点

CK-1型土壤温度自动指示记录仪,系电子电位差计类仪表。但是它与工业高温电子电位差计不同:(1)它在低常温范围($-5^{\circ}\text{C} \sim +60^{\circ}\text{C}$)内使用。(2)热电偶冷端补偿采用镍电阻,补偿精度较高,在环境温度变化下示值误差 $\Delta \leq \pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 。(3)探头对温度响应快,克服了介质微域差异和热电偶丝的不均匀性带来的误差。经计量部门检定和较长期使用考核,证明在准确度、灵敏度、稳定性和可靠性等方面均达到设计要求。

仪器可对12个测温点同时测定和记录。使用者可根据不同用途任意组合测温探头。现初步定型两种探头如图1和图2所示。另外还可根据需要加工各种探头,如盆栽用。