

文章编号: 1005-5630(2015)02-0100-03

紫外可见分光光度计线性度测试方法

刘明兰, 孙玉国, 朱轩轩

(上海理工大学 光电信息与计算机工程学院, 上海 200093)

摘要: 为定性测试紫外可见(UV-VIS)分光光度计的线性度,以水质标准液标定法为基础,用一台紫外可见分光光度计在特定波长处测得一种食物染料的吸光度,再用基本的数学方法计算出各个测试点的体积分数,进而获得体积分数和吸光度的线性关系。实验表明,该方法可以方便地测试出仪器线性度,计算方法正确且简单易懂。

关键词: 紫外可见; 分光光度计; 线性测试

中图分类号: TH 744.12 **文献标志码:** A **doi:** 10.3969/j.issn.1005-5630.2015.02.002

Linear test method of ultraviolet-visible spectrophotometer

LIU Minglan, SUN Yuguo, ZHU Xuanxuan

(School of Optical-Electrical and Computer Engineering, University of Shanghai for
Science and Technology, Shanghai 200093, China)

Abstract: In order to qualitatively test linearity of ultraviolet-visible (UV-VIS) spectrophotometer, we test a food-dye absorbance at a certain wavelength using a UV-VIS spectrophotometer based on the water quality standard liquid calibration method, and then use a basic mathematical method to calculate volume concentration at each test point. We get a linear relationship of volume concentration and absorbance. Experiments show that this method is easy and convenient to measure the linearity of the instrument and the calculation method is accurate and easy to understand.

Keywords: ultraviolet-visible; spectrophotometer; linearity test

引 言

紫外可见分光光度计是一种很重要的分析仪器,在使用一台新的紫外可见分光光度计仪器前,一般需要先对仪器的线性度进行测试。但大多数使用者只是在某一试样的某一浓度附近,用浓度的倍数变化来测出这一段的线性度。这只能反映仪器在小范围内的使用情况,并不能说明仪器的线性度是否符合出厂指标,也不能反映仪器的线性范围。因此,在仪器使用前对其线性度的测试有着重要的意义^[1]。

1 紫外可见分光光度计工作原理

比尔在研究了各种无机盐的水溶液对红光的吸收情况后指出,光的吸收和光所遇到的吸光物质的数量有关,如果吸光物质溶于不吸光的溶剂中,则吸光度和吸光物质的浓度成正比。即当单色光通过液层

收稿日期: 2014-08-16

作者简介: 刘明兰(1987—),女,硕士研究生,主要从事精密机械运动控制、测试计量技术等方面的研究。E-mail:liuminglan665@126.com

通信作者: 孙玉国(1973—),男,副教授,主要从事噪声与振动控制、光机电一体化方面的研究。E-mail:2217748864@qq.com

厚度一定的有色溶液时,溶液的吸光度与溶液的浓度成正比,这就是比尔定律^[2]。其表达式为

$$A = \lg\left(\frac{I_0}{I}\right) = K_1 C \quad (1)$$

式中: A 为吸光度; I_0 为入射光强度; I 为透射光强度; C 为溶液的浓度; K_1 为比例常数。

紫外可见分光光度计主要由光源系统、单色器系统、样品室、检测系统组成。紫外可见分光光度计的技术指标主要有 11 个^[2-3],即波长准确度、波长重复性、光度准确度、光度重复性、杂散光、光谱带宽、基线平直度、稳定性、光度噪声、线性度、线性动态范围。除了线性动态范围,其他的技术指标一般都在仪器指标中写出明确的测量方法及要求。紫外可见分光光度计的线性度在定量分析工作中有着极其重要的意义,文献^[4]指出,如果仪器的线性度很差,就不可能得到好的定量分析结果。

2 测试方法

分光光度计线性度测试的方法很多,常用的方法大致有^[4]:

(1)溶液稀释法:将重铬酸钾稀释到不同浓度,测量不同波长处的吸光度(一般需测 85 个吸光度值),然后根据此数据作曲线,判断线性度。

(2)中性滤波片法:一般以 3 块中性滤波片叠加,比较测定值与计算值之差来判断线性度。

(3)百分法:使被测试样浓度成倍增加,测其吸光度并作曲线,判断实验值偏离比尔定律直线部分的程度。

(4)改变池厚法:用不同厚度的样品池来测量重铬酸钾的吸光度,以此观察光度计的线性度。

(5)旋转扇形板法:将不同透射率的扇形板置于样品光束中旋转,测出各点透射率并与真值进行比较。

(6)光叠加法:利用双孔规来分段测量,然后用曲线判断线性度。

李昌厚教授^[4]曾通过实践提出 L/L-CM 法(即双对数测量法),但是该方法需配制级数递增的不同浓度试样,存在配样误差,所以本文提出了以体积分数测试光度计的线性度的方法,通过配制不同体积分数的溶液,来测量其线性度。表 1 是几种线性度测试方法的比较^[4]。

表 1 几种线性度测试方法的比较
Tab. 1 The comparison of a few linearity test methods

方法	优点	缺点
溶液稀释法	能检查线性范围,能找出最佳工作区	无法校正线性误差,方法繁琐,需要测 85 个点
中性滤波片法	操作简单	滤波片绝对吸光度标定较困难
百分法	设备简单	存在配样误差,不能测出线性范围
改变池厚法	能测出线性范围	不能校正线性误差
旋转扇形板法	适于红外光谱仪(即红外区)	至少要 9 块扇区板,成本高,不适用于 UV
光叠加法	比较科学,比较标准	实用性差
L/L-CM 法	直观性强,能同时测出线性范围,能找出最佳工作区,设备简单,操作简便,实用性强	存在配样误差,理解较难
本文方法	原理简单,设备简单,吸光度测量范围灵活可调,操作简便	重复的步骤较多

3 实 验

本文利用水质仪标定法来配制标准液,通过定性配制溶液,测得溶液在特定波长的吸光度,从而得到标准曲线,通过与比尔定律的直线部分对比,得到仪器的线性度。实验所用仪器及试剂有 G10-UV 光度计、绿色食品染剂、移液器(1 mL 和 5 mL)、石英比色皿和搅拌机。

实验步骤如下:

(1)由于食品染剂本身比较浓,首先稀释食品染料。因此,在 54 mL 蒸馏水中加入 6 mL 食品染剂,得

到 60 mL 的测试母液, 设其体积分数为 C_0 。

(2) 在 500 mL 的烧杯中加入 150 mL (设为 V_1) 的蒸馏水, 作为测试液。

(3) 用移液枪将 1 mL (设为体积 V_0) 的母液加入到 500 mL 的烧杯中, 并搅拌均匀, 得到该点的测试液。

(4) 用移液枪将测试液加入到石英比色皿, 放入分光光度计的样品槽, 以蒸馏水作为参照, 测量在波长 260 nm、340 nm 和 590 nm 处的吸光度, 并记录数据。

(5) 将比色皿内的测试溶液倒回 500 mL 的烧杯中, 重复步骤(3)和(4), 直至测到仪器显示超出测量范围。

溶液的体积分数 T 可表示为

$$T = \frac{N \times V_0}{N \times V_0 + V_1} \quad (2)$$

式中 N 是重复次数。分别在 260 nm、340 nm 和 590 nm 处测得不同 T 值时的吸光度, 得到光度计的线性度分别如图 1~3 所示。

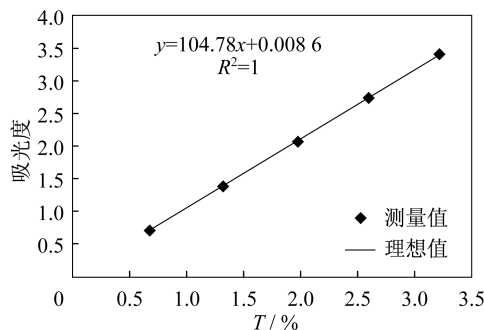


图 1 260 nm 处食品染剂的吸光度
Fig. 1 The absorbance of dye at 260 nm

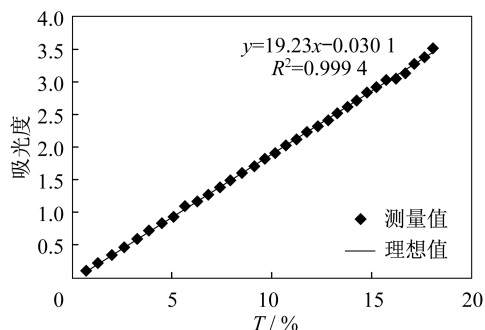


图 2 340 nm 处食品染剂的吸光度
Fig. 2 The absorbance of dye at 340 nm

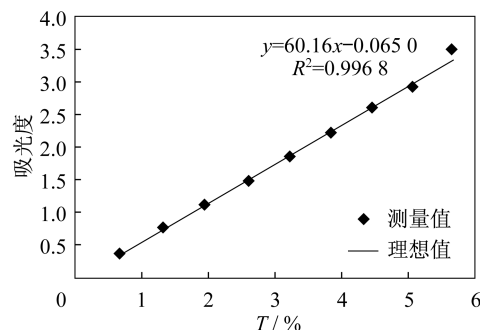


图 3 590 nm 处食品染剂的吸光度
Fig. 3 The absorbance of dye at 590 nm

从图 1~3 可以看出, 吸光度与体积分数的线性相关度 R^2 可达到 0.99 以上, 清楚地显示了光度计在特定波长处的线性测量范围, 仪器使用者可根据线性度对仪器进行校正或进行样品体积分数的测试实验。

4 结 论

本文提出了一种无需计算溶液具体浓度, 直接利用溶液体积分数比例关系就可测出仪器的线性度的方法。在需要精确计算溶液浓度时, 仅需再知道母液的浓度即可计算各个测试点的具体浓度, 并且两次测量的间距也是可以控制的, 从而可以减少测试点, 不用像溶液稀释法那样必须测 85 个点。

通过实验证实, 该方法可以定性测出仪器的线性度, 测试溶液的体积分数可以由低到高一直增加, 直到光度计超出仪器的测试范围。该方法能很好地测出仪器的线性范围, 获得更好的线性度, 使仪器的使用者得到更精确的实验结果。本方法也可在仪器的生产过程中测试其线性度, 从而降低产品不良率。

参考文献:

- [1] 倪一, 黄梅珍, 袁波, 等. 紫外可见分光光度计的发展与现状[J]. 现代科学仪器, 2004(3): 3-7.
- [2] 洪吟霞. 分光光度计[M]. 北京: 机械工业出版社, 1982.
- [3] 李昌厚. 紫外可见分光光度计[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- [4] 李昌厚. 紫外可见分光光度计线性测试的一种新方法[J]. 光学仪器, 1986, 8(5): 18-22.

(编辑: 刘铁英)