

分光光度计与计算机联机

汪永涛* 方 芳 吴宗仁

(安徽大学化学系 合肥 230039)

摘 要 人工记录的方法是无法准确记录分光光度计所指示的消光值,特别是因浓度($10^{-5} \sim 10^{-4} \text{ mol/L}$)改变,而导致精度和准确度不高。采用计算机联机的方式是可以克服此种弊端,精确度和准确度都很高并有良好的线性关系。且自动绘图(即比耳定律的线性图)并输出。此装置具有快速、直观、处理过程图文并茂等特点。

关键词 分光光度计 A/D卡 计算机 比耳定律 线性关系

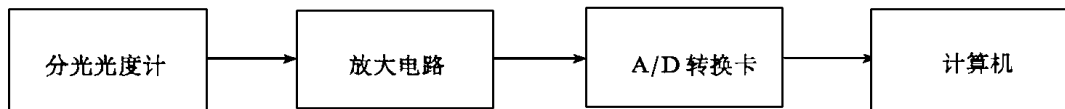
分类号 O657.7

1 前 言

在传统的分光光度法^[1,2]中,因为存在人工记录所产生的偶然误差和仪器指针不能很好地响应其变化的弊端。特别是在溶液浓度梯度小($10^{-5} \sim 10^{-4} \text{ mol/L}$)的情况下,尤为明显。作者为此设计出一种自动化程度高的装置,采用联机方式,由计算机采样、处理数据,实现了动态显示数据及图形结果,原始数据、结果均以文件的形式储存在磁盘上,图形结果由打印机输出。

2 系统结构

整个系统可分为两大部分:一个是硬件部分;另一个是软件部分。还需添加一些其他部件,如A/D卡。



2.1 硬 件

721型分光光度计由上海第三分析仪器厂生产。将检流计的两个输入端与信号放大器相联接。目的是为了让检流计的微弱直流讯号经放大器放大后,输入到A/D卡上,所放大的倍数应适当以达到A/D卡的最佳输入范围。

直流放大器:参考有关资料^[3,4]自行制作,采用二级集成运算放大器,前级选用OPΦ7,第二级选用LM 41。只要仔细调整好每一级的调零电位器,并对放大器给予屏蔽,反复使用

* 通讯联系人。

收稿日期:1998-04-01; 收到修改稿日期:1998-04-28。

表明,其输入输出间有着良好的线性关系。放大器的放大倍数调整为 192 倍。这样使净输入的最大量程放大至接近 A/D 转换卡输入范围的最大值,以提高测量的精度。

A/D 卡:采用的卡是北京伍豪电子公司生产的产品。其型号为 AC1451 型,该卡直流模拟量输入范围 0~1.9999V,最小分频率为 0.0001V。采样速率为 10 次/s,该卡可直接插入 PC 机的 ISA 扩充槽上,模拟量的输入线通过一个 25 针的 D 型插头接在该板上。

目前,在实验室里 PC 机已经广泛使用,曾先后对单片机 8088CPU 和 PC486 机上测试过。此装置所配用计算机性能的高低,除在显示模式上不同外,其它无明显差别。此外所使用的 PC 机如不进行测试工作,只需取下和 A/D 卡相接的 D 型插头,该机仍可作为通用的 PC 机使用。

2.2 软件

本文所采用程序是用现在比较流行的计算机编程语言,即 C 语言^[5]编写该实用程序。程序部分由数据的采集、动态显示朗伯-比耳定律的线性关系图、结果输出和原始数据与结果数据存盘等功能模块组成。其算法如下:采样值进行数字滤波,在精密测试下,由于电网、环境等因素干扰,会给所采集的数据带来一定的随机误差,为减少此类误差对所测数据的影响,每次调“0”和调“100”,平行测定体系的分光光度值 7 次,扣除其中最大、最小值,对其余的 5 个中间值进行平均计算,以此来作为该次所采集值。以采集值为纵坐标,浓度为横坐标。在屏幕上显示出相应数据点。由朗伯-比耳定律:

$$A = abc \quad (1)$$

$$A = \epsilon bc \quad (2)$$

式中: a —吸光系数($L/(g \cdot cm)$);

ϵ —摩尔吸光系数($L/(mol \cdot cm)$);

b —吸收槽的厚度(cm);

c —溶液的浓度(g/L 或 mol/L)。

a 与 ϵ 都与吸光物质的性质、入射光波长及温度等因素有关。

由上式可知:吸光度 A 与浓度 c 呈线性关系。程序中采用最小二乘法直线拟合以求出其斜率、截距(其值接近“0”)和相关系数。求得这些参数后,立即调用绘制直线模块显示在屏幕上,此直线应通过原点。 $CuSO_4$ 溶液在 $\lambda_{690\text{ nm}}$ 用计算机绘制的直线图见图 1 和图 2。

3 测试结果与讨论

为了综合考察联机后分光光度计的性能,分别采用联机方式和常规分光光度计所测得值(人工记录数据,用相同的程序来处理此数据)。两种方法对同一体系溶液平行测定 3 次至 5 次。共计配制 8 个不同浓度的系列 $CuSO_4$ 溶液,为减小误差,采取重量法配制 $CuSO_4$ 系列溶液。

$CuSO_4$ 溶液系列浓度梯度较大,数据表明,联机方式所测得的数据精度、准确度及相关系数都明显比常规测定高。结果见表 1 和表 2。

$CuSO_4$ 系列溶液浓度梯度在 $10^{-4} \sim 10^{-5} \text{ mol/L}$ 间变化时,常规测定已经无法进行下去。而联机方式仍可继续测出其吸光度值。见表 3、表 4。图 1、图 2 分别是经过计算机放

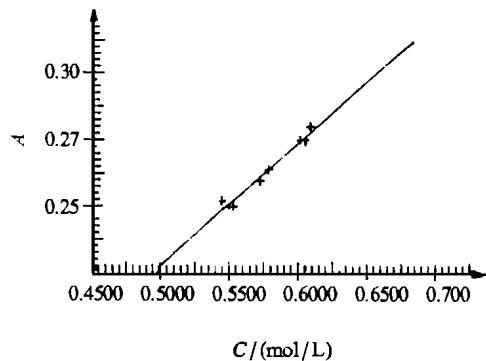


图 1 放大后人工记录数据线性图

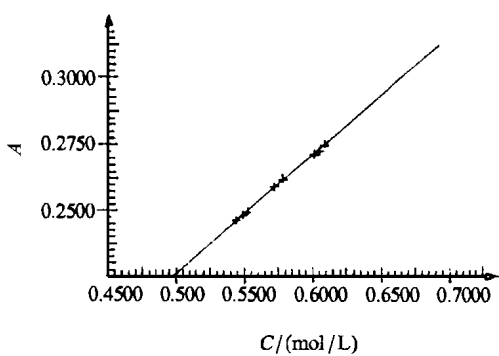


图 2 放大后计算机采样数据线性图

Fig. 1 Spectra absorption of data recorded manually after amplifying

Fig. 2 Spectra absorption of data collected with a computer after amplifying

表 1 人工记录并处理数据结果

Table 1 The result of the data which were recorded manually

实验序号	记录值				平均值	浓度(mol/L) (× 10 ³)
	1	2	3	4		
1	0.175	0.175	0.175	0.175	0.175	4.429
2	0.220	0.220	0.220	0.220	0.220	5.448
3	0.245	0.245	0.245	0.245	0.245	6.139
4	0.280	0.280	0.280	0.280	0.280	6.648
5	0.295	0.290	0.295	0.295	0.290	6.986
6	0.310	0.310	0.310	0.310	0.310	7.342
7	0.320	0.320	0.320	0.320	0.320	7.551
	0.320	0.320	0.320	0.320	0.320	7.662

注: 相关系数 $r = 0.9979$ 。

表 2 联机处理数据结果

Table 2 The result of the data which were collected with a computer

实验序号	记录值				平均值	浓度(mol/L) (× 10 ³)
	1	2	3	4		
1	0.1733	0.1729	0.1737	0.1735	0.1733	4.429
2	0.2180	0.2182	0.2185	0.2184	0.2182	5.448
3	0.2467	0.2464	0.2471	0.2468	0.2467	6.139
4	0.2727	0.2716	0.2711	0.2709	0.2716	6.648
5	0.3031	0.3021	0.3024	0.3026	0.3025	6.986
6	0.2799	0.2864	0.2869	0.2859	0.2848	7.342
7	0.3129	0.3119	0.3123	0.3125	0.3124	7.551
	0.3177	0.3177	0.3167	0.3173	0.3174	7.662

注: 相关系数 $r = 0.9998$ 。

大处理后, 人工记录和计算机采样数据所得线性图。由数据结果与图形表明, 这种方式在测量精度、数据处理自动化程度等方面均优于常规分光光度分析。

表 3 人工记录并处理数据结果

Table 3 The result of the data which werere corded manually

实验序号	记录值					平均值	浓度(mol/L)(× 10 ³)
	1	2	3	4	5		
1	0. 255	0. 255	0. 250	0. 250	0. 250	0. 250	5. 449
2	0. 250	0. 250	0. 250	0. 250	0. 250	0. 250	5. 499
3	0. 250	0. 250	0. 250	0. 250	0. 250	0. 250	5. 527
4	0. 260	0. 260	0. 260	0. 260	0. 260	0. 260	5. 721
5	0. 260	0. 265	0. 265	0. 265	0. 260	0. 260	5. 782
6	0. 275	0. 275	0. 275	0. 275	0. 280	0. 280	6. 015
7	0. 275	0. 275	0. 280	0. 280	0. 280	0. 280	6. 052
8	0. 280	0. 280	0. 280	0. 280	0. 280	0. 280	6. 090

注: 相关系数 r= 0. 9885。

表 4 联机处理数据结果

Table 4 The result of the data which were collected with a computer

实验序号	记录值					平均值	浓度(mol/L)(× 10 ³)
	1	2	3	4	5		
1	0. 2457	0. 2465	0. 2467	0. 2463	0. 2465	0. 2463	5. 449
2	0. 2489	0. 2482	0. 2484	0. 2485	0. 2487	0. 2485	5. 499
3	0. 2493	0. 2494	0. 2491	0. 2499	0. 2502	0. 2494	5. 527
4	0. 2595	0. 2598	0. 2590	0. 2593	0. 2597	0. 2594	5. 721
5	0. 2618	0. 2820	0. 2622	0. 2618	0. 2618	0. 2620	5. 782
6	0. 2721	0. 2714	0. 2715	0. 2723	0. 2720	0. 2717	6. 015
7	0. 2728	0. 2730	0. 2730	0. 2734	0. 2728	0. 2731	6. 052
8	0. 2752	0. 2750	0. 2748	0. 2753	0. 2749	0. 2751	6. 090

注: 相关系数 r= 0. 9993。

4 讨 论

在联机方式下, 数据的精度和可靠性明显较人工记录数据处理为优。原因可能如下:

(1) 检流计是通过指针磁感应作机械偏转来指示读数, 当有微弱电流变化时, 指针无法很好地响应, 读数时难以捕捉其指针的很小变化, 故无法进行人工记录数据。而采用联机方式后, 当有微弱的直流讯号改变时, 其讯号经直流放大器放大后, 该变化仍能被计算机自动记录下来。故其精度提高。

(2) 检流计上的刻度盘分隔很粗糙, 分光光度值越大, 刻度盘上的刻度划分也越来越粗。这就给人工记录数据带来明显的误差。而联机方式却没有这种情况产生, 它是依据电压

的变化而记录数据。故联机方式所测得的数据准确度也提高。

(3) 从图2明显地看出浓度的梯度虽然小, 联机采样所得数据精密度和准确度仍然保持着良好的线性相关性, 而人工记录数据后处理却无法做到这一点。其线性关系显著地下降。

从图1、图2可以看出, 直线并没有通过原点, 这是因为存在着待测溶液的比色槽和参比溶液(蒸馏水)比色槽相比, 其本身存在一定程度的吸光值。

参 考 文 献

- [1] 武汉大学主编. 分析化学, 第二版. 北京: 高等教育出版社, 1982.
- [2] 武汉大学主编. 分析化学实验, 第二版. 北京: 高等教育出版社, 1985.
- [3] 李清泉、黄昌宁编著. 集成运算放大器原理及其应用. 北京: 科学出版社, 1980.
- [4] 清华大学电子工程系工业自动化系编. 晶体管电路. 北京: 科学出版社, 1980.
- [5] 谭浩强编. C 程序设计. 北京: 清华大学出版社, 1991.

Spectrophotometer Connected to a Computer

Wang Yongtao Fang Fang Wu Zongren

(Department of Chemistry Anhui University Hefei 230039)

Abstract The method of recording manually which recorded values of absorption in the general spectrophotometer can't be applied to being recorded accurately its values of spectra, especially converting tinge solution between 10^{-5} mol/L and 10^{-4} mol/L. It results in becoming accurate and sensitive lowly. However, it voided this deviation, which is applied by spectrophotometer connected to a computer, and its accuracy and sensitivity is very high and keeps good linear relation, and automatically plots the graph which is obeyed by Beer's law and outputs the graph, and its device is simple, rapid and direct with successful result.

Key words spectrophotometer A/D converter computer Beer's law linear relation

Classifying number O657.7