

略论 UV-VISS 的可靠性

李昌厚

(中国科学院上海生物工程研究中心 上海 200233)

摘要:概述了杂散光(Stray light)、噪声(Noise)、化学因素、电子学等方面对紫外可见分光光度计(UV-VISS)可靠性的影响。同时从元器件的研制、测试方法的研究等方面,讨论了保证UV-VISS可靠性的有关问题。

关键词:杂散光;噪声;UV-VISS

中图分类号:O657.7

文献标识码:B

文章编号:1006-3757(1999)04-0246-03

可靠性是UV-VISS最重要、最根本、最关键的性能指标;UV-VISS是集光、机、电、计算机为一体的技术密集的高技术产品,其技术含量高、制造难度大、影响可靠性的因素多,因此,必须注重对UV-VISS可靠性的研究。本文将重点讨论影响UV-VISS可靠性的主要因素;同时,讨论如何保证UV-VISS仪器的可靠性。供UV-VISS的研究、生产、使用者参考。

1 UV-VISS可靠性的内涵

UV-VISS可靠性的高低,是指对比耳定律的偏离程度。UV-VISS的可靠性指标,主要包括光度准确度(PA)^[1]和漂移(D)^[2]等;所谓PA,就是指UV-VISS的光度实际测量值与真值(理论值或实际值)之差。不管是制造者还是使用者,都希望自己研制或使用的UV-VISS有很高的PA和很小的D,也就是希望仪器稳定可靠。任何一台UV-VISS如果测出的PA不准确那就谈不上可靠性。如果D很大,同样也谈不上可靠性。任何一台UV-VISS,都有其功能指标和性能指标,如某UV-VISS的功能齐全,人机对话程度很高,但性能指标较差,用它测出的数据,因人而异、因时而异,根本无法重复;而另一台UV-VISS的智能化程度一般、功能指标也一般,但其性能指标很好,使用时不受操作者和时间的影响;哪台仪器好呢?答案肯定是后者好。所以稳定可靠应为用户挑选和评价UV-VISS的唯一宗旨。

2 影响UV-VISS可靠性的主要因素

2.1 PA是UV-VISS可靠性最核心的内容

影响PA的因素很多,最主要的有杂散光(S.L.)^[3,4]、噪声(N)^[5]和光谱带宽度(SBW)^[6];S.L.对PA的影响,随被测试样浓度的增大而增加,当试样浓度增大到一定程度时,测试结果将严重偏离比耳定律,Sharpe^[7]和作者^[3,6]曾研究过,当试样的吸光度达到2.0 Abs时,UV-VISS只要有0.1%的S.L.,将产生5%的测量误差。作者的研究证明:若某仪器的S.L.为0.5%,则它对吸光度为1.5 Abs的试样测试,可产生4.1%的误差!若要对吸光度为1.5 Abs的试样分析,又要求误差为1.0%,则仪器的S.L.应达到0.1%。我国北京通用公司的TU-1221 UV-VISS,其S.L.优于0.05%,它对Abs为1.5的试样测试时,误差可小到0.44%!由此可见,S.L.将限制UV-VISS的分析测试浓度的上限,使高浓度试样的分析产生很大的误差。

N在被测试样很稀时,将成为分析测试工作的主要误差来源^[5],它限制UV-VISS的分析测试浓度的下限^[8]。作者的研究表明,当用N=0.005的仪器分析测试吸光度为0.2 Abs的试样时,则产生了2.5%的误差。按我国药典规定,对人用药的测试误差应小于1.0%,如对吸光度为0.08 Abs的试样进行分析测试,则仪器的N必须小于0.0008 A。这是国内外绝大多数UV-VISS无法达到的。但北京通用公司的TU-1221、TU-1901和美国P-E的Lambda 9、Varian的Cary 500等仪器可满足此要求。

SBW 也将严重影响 PA, 尤其在试样吸收峰很尖锐时, 往往会使测量结果偏低, 从而偏离比耳定律。

2.2 化学因素是影响可靠性的重要因素之一

从理论上讲, 比耳定律只能适用于均匀、相对独立的、无相互作用的吸收粒子体系, 但在实际工作中并非如此。试样在测定过程中, 经常会发生缔合、离解、电离、溶剂作用和产生同性异构体, 组成新的配合物等化学变化, 从而使吸收粒子相互间的平均距离发生变化, 以影响比耳定律的准确性, 即产生对比耳定律的偏离。例如: 碘溶液在可见光区会随所用的试剂不同而呈不同颜色; 在四氯化碳中呈深紫色, 而在乙醇中呈棕色。酚在无极性的戊烷中有极尖锐的吸收带, 而在极性很强的乙醇中, 则没有尖锐的吸收带等等, 这些都说明化学因素会影响分析测试的可靠性。

2.3 电光系统稳定性对 UV-VISS 可靠性的影响

UV-VISS 的电光系统稳定性是影响 UV-VISS 整机可靠性的主要因素之一。

如果 UV-VISS 的电稳定性差就谈不上其可靠性了。据美国 Winstead^[4,9] 的研究表明: 光谱仪器的不稳定, 90% 以上是电源不稳所引起。因此, 电光系统, 特别是电源, 对 UV-VISS 的稳定性影响非常大。笔者的研究表明: 如果氙灯恒流源的电流变化 1%, 则所发光通量变化 6.7%^[6]。

2.4 光电转换部件的稳定性

光电转换部件的稳定性, 是影响 UV-VISS 整机可靠性的又一主要因素。

一般来讲, UV-VISS 的光电转换元件大多为光电倍增管(PMT)或光电管(PT)^[10]; 这些元件都需要加一个恒压电源才可正常工作; 如 PMT, 一般加 500~800 V 的负高压。而一般的 PMT, 有一个大约 106 倍的电流放大倍数, 若负高压变化 1%, 则放大倍数将产生 5% 的变化^[11], 致使 PMT 无法正常使用!

2.5 UV-VISS 电子学部分的漂移

UV-VISS 电子学部分的漂移, 也是影响 UV-VISS 整机可靠性的因素之一。

UV-VISS 中前置放大器的漂移对整机的影响很大。所以往往把前置放大器屏蔽起来并采用冷却装置。

2.6 环境的干扰

这也是使用者必须注意的问题。

3 如何保证 UV-VISS 的可靠性

3.1 认真开展元器件的研制

作者曾指出^[6,12]: 不重视元器件的开发和研制是阻碍我国科学仪器发展的主要原因之一; 如我国目前生产的 UV-VISS 中大多数对严重影响仪器稳定性的氙灯恒流源的研究就很不够; 一般国产的 UV-VISS 氙灯电源的电流调整率(SI)大多数是在 0.5% 以上, 而国际上对微光测试中电源的要求, 一般都在 0.05%, 否则很难保证测试结果的可靠性。又如光栅是 S.L. 的主要来源, 占 UV-VISS S.L. 的 80% 以上。但我国的光栅目前并未下大功夫去解决 S.L. 的问题; 如我国某生产厂家用国产光栅生产的 UV-VISS 的 S.L. 基本上都在 0.05% 以上。而用进口光栅时 S.L. 马上下降到 0.05% 以下^[13]。再者前述 PMT 的恒压源的研究也是非常关键的问题, 也必须引起高度重视。

3.2 认真开展对技术指标测试方法的研究

在评价 UV-VISS 时, 各项技术指标的测试方法很重要, 往往会因测试方法不同, 产生不同的结果; 如: S.L. 的测试, 目前国际上似乎趋向一致, 大家都用截止滤光片法或截止滤光液法^[14,15], 但在选用截止滤光片法时, 片子的厚度(即截止点的位置)选用各异, 这样就产生了测试结果的不一致。许多国家在对 UV-VISS 的 S.L. 测试时, 用厚度为 2 mm 的片子。作者认为是不妥的, 应该用 1 mm 厚的片子比较真实。又如 PA 的测试, 有的国家用 930D 片子来测定, 作者认为也是不妥的, 因 930D 为玻璃片基而不透紫外光, 在 500 nm 波长测试, 这怎么能反映紫外区的 PA 呢? 还有 N 的测试, 更是五花八门, 有的仪器测 5 min, 有的测 10 min, 有的测 30 min。作者认为应冷态开机, 预热 30 min 后, 连续测试 60 min, 在 60 min 内任取 10 min(有 n 个 10 min; n 为无穷大!) 取其峰-峰值最大者作为仪器的 N^[13]。D 的测试也有同样的问题, 有的厂测 10 min, 有的厂测 30 min。作者认为^[16] 应该冷态开机预热 30 min 后, 连续测 60 min, 取其最大和最小值之差为 D。

4 结束语

本文讨论的 UV-VISS 的可靠性对使用者来讲特别重要, 不管是挑选还是评价 UV-VISS 必须严

要注重仪器稳定可靠。所以制造者要重视可靠性。使用者在挑选 UV-VISS 时千万不能盲目追求高指标, 而要从稳定可靠性方面多加关注, 否则会适得其反。

参考文献

[1] 李昌厚等. 略论 UV-VISS 光度准确度的测试[J]. 光学仪器, 1994, 5~ 6: 41.

[2] Robert J etc.. Selecting a spectrophotometer (how to evaluate a spectrophotometer), technical information beckman instruments [J]. Inc., Fullerton, CA92634, 1989.

[3] 李昌厚等. 略论光谱仪器杂散光测试中的几个有关问题[J]. 光学与光谱技术, 1985, 4: 42.

[4] 李昌厚等. 光栅单色仪杂散光的测试及有关问题的探讨[J]. 光学与光谱技术, 1984, 2: 34.

[5] Scott R P W. Liquid chromatography detectors[J]. New York, 1977, 5.

[6] 李昌厚. 再论 UV-VISS 的主要技术指标[J]. 现代科学仪器,

1997, 4: 12.

[7] Sharpe M R. Stray light of UV-VISS[J]. Analytical Chemistry, 1984, Vol. 56, 2: 339A.

[8] Owen A J. The diode array advantage in UV-VISS[J]. Hewllet Packard, printed in Germany, 03/ 88, P15.

[9] 孙吟秋等. 在进口 UV-VISS 上用国产氙灯代替进口氙灯的研究[J]. 现代科学仪器, 1998, 4: 26.

[10] 李昌厚. PMT 和硅光电池的相对光谱响应特性测试方法的研究[J]. 光学仪器, 1995, 2: 8.

[11] 李昌厚等. 一种光电倍增管高压电源的研制[J]. 电子技术, 1981, 2: 31.

[12] 李昌厚. 浅谈振兴我国科学仪器事业的几个有关问题[J]. 现代科学仪器, 1997, 1: 8.

[13] Winstead M. Instrument Check Systems (Published in Great Britain, printed in the U. S. A.), 1971, P22- 24.

[14] ASTM. 1982 Annual Book of ASTM Standards (part 42) (printed in U. S. A.), 1982, P335.

[15] Richard E P. Applied Optics, 1964, Vol. 1, P99- 104.

[16] 李昌厚等. 一种新型的多功能微量光度计的研制[J]. 仪器仪表学报, 1991, 1: 23.

Brief Discussion About the Reliability for UV-VISS

LI Changhou

(Shanghai Research Centre of Biochnology, the Chinese Academy of Sciences Shanghai 200233)

Abstract: The main factors affecting the reliability of UV-VIS Spectrophotometer(UV-VISS) are briefly discussed in the view of stray light, noise, chemistry and electricity. At the same time, the approaches for ensuriny of UV-VISS are discussed, ranging from the research development of the devices to detective methodes.

Key words: stray light; noise; UV-VISS

Classifying numbers: O657. 7