

一种智能型钴自动分析仪的研制

任凤莲, 王磊*, 李竹英

(中南大学化学化工学院, 湖南 长沙 410083)

摘要:系统地介绍了一种用于溶液中钴含量测定的智能型自动分析仪器, 其化学分析依据工业上常用的钴的国标分析法—亚硝基R盐光度法。通过机械传动部分和单片机系统将整个分析过程智能化、自动化, 从采样到信号处理和结果输出均为自动完成, 并且提供分析过程中参数的可调功能, 整机采用梯形构架, 操作简便实用。

关键词:智能型; 钴; 分析仪

中图分类号: O657.3

文献标识码: B

文章编号: 1006-3757(2002)03-0189-04

光度分析法是化学分析中常用的分析方法, 其主要特点就是分析灵敏度高, 仪器价格低廉, 钴的工业分析就是采用亚硝基R盐光电比色法来测定的。这也就是被列入国标的钴的分析方法, 该反应的选择性很好, 但这一方法操作过程较为复杂, 包括取样、定容、光电比色等步骤, 这些过程均为手动完成, 我们基于工业上生产的要求, 对这一分析过程进行智能化、自动化, 简化了操作, 大大节省了分析时间。

1 化学依据

在醋酸缓冲溶液中, 钴能与亚硝基R盐(4-亚硝基-2-萘酚-3,6-二磺酸钠)生成1:3的红色配合物, 通过此配合物进行光度分析测定钴的含量。这一反应所生成的配合物其最大吸收峰本应在420 nm处, 但此处试剂本身也有较大吸光度, 所以将测定波长确定在520 nm处, 可大大减少试剂的影响^[1]。

2 仪器设计

整台仪器的设计包括机械部分、电路部分、软件和外观设计。机械及传动部分是仪器得以进行自动分析的基础, 其结构设计以及加工精密度将直接影响仪器的分析流程和测定准确度, 尤其, 对于工业生产环境而言, 仪器的构成材料还必须考虑到是否耐腐蚀。

2.1 采样装置

采样装置是获取样品和试剂的部件。该装置通

过注射器来完成采样任务, 其中注射器被固定在底座上, 注射器拉杆固定在铝块上, 然后再将铝块装在一个表面很光滑的导轨上, 以便其可在上面自由滑动, 最后通过一个加工精密的螺杆将铝块和步进电机连接起来(图1)。这样步进电机的转动就可推动注射器来完成采样工作。

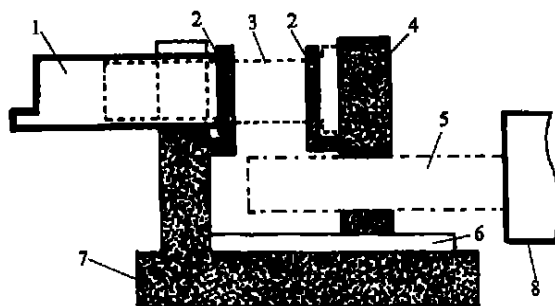


图1 采样装置

Fig 1 Equipment of sampling

1. 注射器 2. 固定卡子 3. 活塞 4. 活动铝块
5. 螺杆 6. 导轨 7. 底座 8. 步进电机

2.2 进样装置

该装置是决定仪器工作在采样状态还是工作在进样状态的部件。通过两个半径不同但啮合良好的齿轮来转动一个流通阀, 阀体外接仪器分析过程中所采用的流路系统, 这一系统是通过阀体旋转45°

角(图 2)来改变溶液的流路. 最后再将齿轮与步进电机连接起来, 通过步进电机的转动完成这些工作.

2. 3 流路系统

流路系统的设计采用流动分析中的合并带技术思想, 将样品与试剂分别从两个管道采入两个注射器(图 3a), 经阀体转动后同时由注射器推出, 在汇合点合并, 共同流过流通池(图 3b).

2. 4 检测器装置

检测部分包括单色光源、流通池、光传感器; 整个装置做成一个整体被密封在一个暗室中(图 4).

2. 5 电路部分

仪器采用单片机控制系统, 以 MCS-51 单片机为核心, 由于所选芯片本身就具有程序存储器, 故无须外扩程序存储芯片, 而是扩展一片 EEPROM 作为数据存储器. 在原始信号处理方面采用单片高增益四运算放大器所组成的测量放大器进行信号放大, 再经 A/D 转换送入单片机进行处理. 用于采样和进样的两个步进电机则通过行程控制开关来控制. 在人机对话方面扩展了一片 4×4 矩阵式键盘, 一片 12

位的 LCD 显示器和一台 TPMP-16 微型打印机, 并通过两片三态锁存器扩展了 12 个 LED 指示灯, 以便使用者对仪器所处的状态一目了然. 此外, 为适应工业生产上管理的需要, 还外扩了 RS-232 标准异步串行通信接口(图 5).

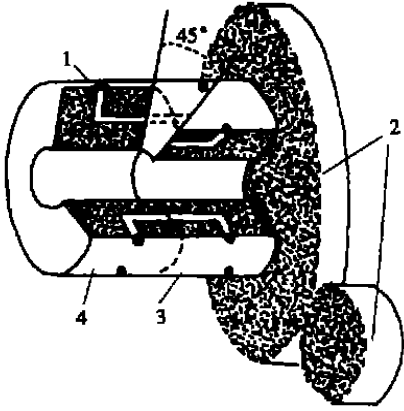


图 2 进样装置图

Fig. 2 Fig. 2 Equipment of injecting sampling

1. 流路接口 2. 齿轮 3. 转子 4. 定子

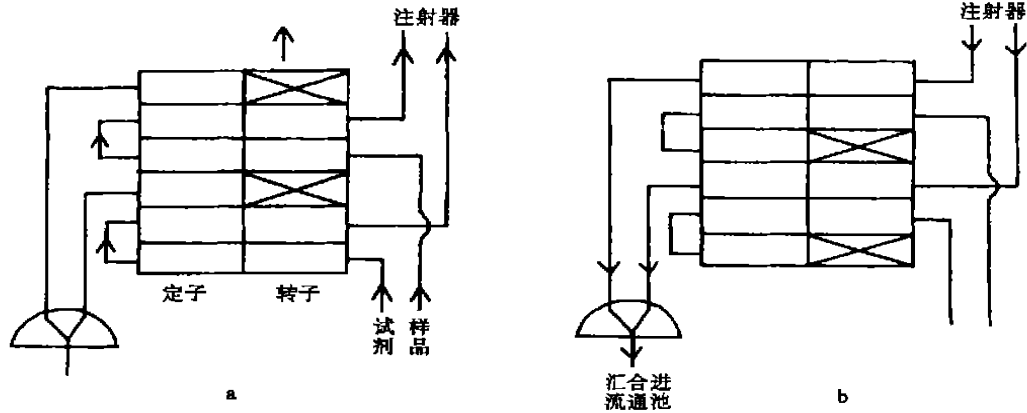


图 3 流路系统图

Fig. 3 System of solution route

2. 6 键盘及可编程并行 I/O 扩展电路

因单片机系统中的所有扩展的外围芯片都通过总线驱动, 而总线只能驱动一定数量的电路, 所以, 当应用系统过于复杂时就有可能造成其不能稳定工作^[2], 这时可采用系统总线驱动器 74LS244 增加总线的驱动能力. 此外由于本机外部扩展较多, MCS-51 单片机本身所提供的 I/O 口不能满足要求, 故采用 8255A 进行 I/O 口扩展(如图 6).

2. 7 软件部分

本机软件采用 MCS-51 汇编语言编写, 存储在 MCS-51 单片机的片内 ROM 内, 采用模块化程序设计, 共约 8 K. 其中光度分析所用的算法是标准曲线法, 通过标准浓度和标准吸光度的关系建立标准曲线来进行样品分析, 最后输出的结果是浓度值, 通过选择可进行单步测量和连续在线分析, 方便使用.

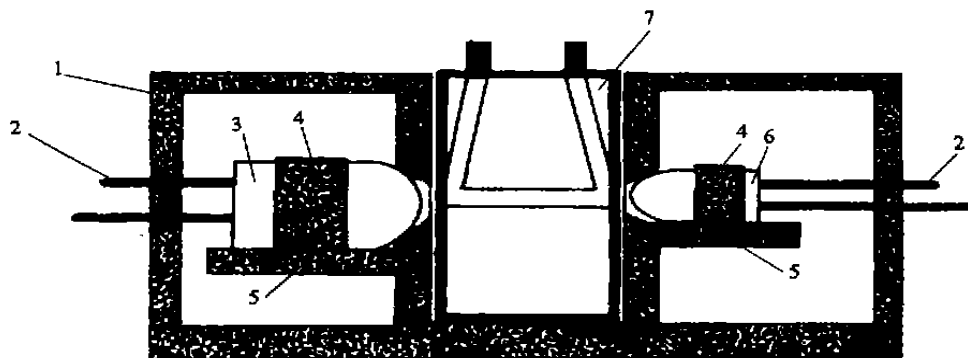


图4 检测器结构图

Fig. 4 Equipment of examining

1. 暗室 2. 引线 3. 光源 4. 固定夹套 5. 固定底座 6. 光传感器 7. 流通池

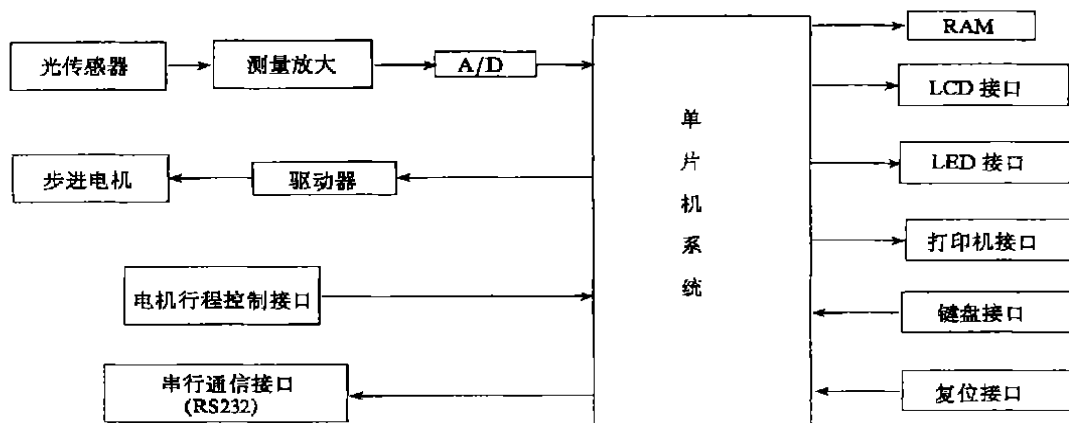


图5 电路结构图

Fig. 5 Structure of circuit

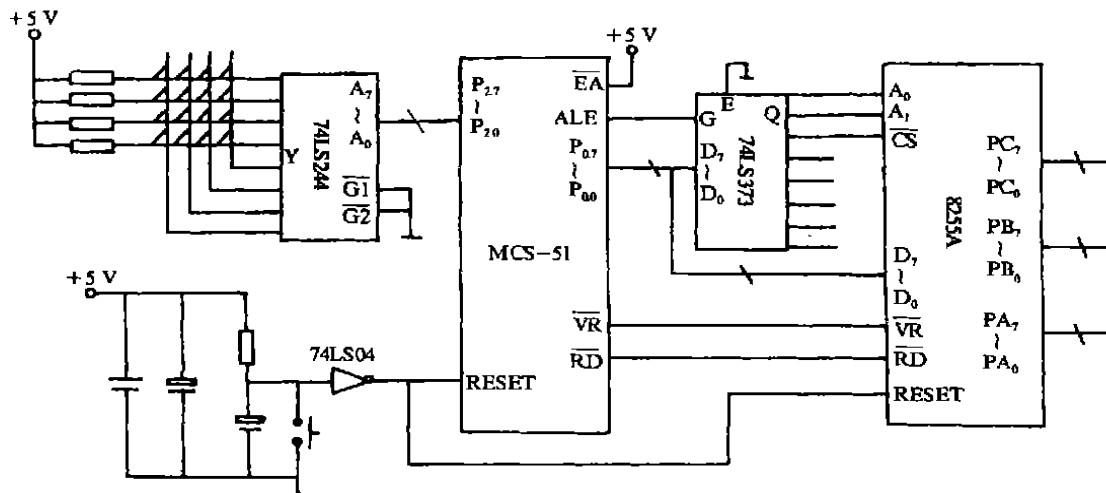


图6 键盘及可编程并行I/O扩展电路

Fig. 6 Expanding circuit of keyboard and programmable I/O parallel interface

2. 8 整机设计

这一部分是技术功能设计和美学设计的统一^[3], 依据人机工程学, 技术美学, 经济学和心理学的部分观点, 对这一被称为人机接口的仪器外壳采用梯形结构, 使用者看不到一颗螺钉, 外观美且整体性能好, 其结构及部件布局图如下(图 7)。

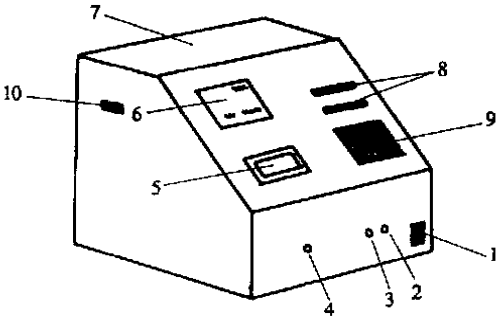


图 7 外观图

Fig. 7 Appearance picture

1. 开关 2. 样品口 3. 试剂口 4. 废液口 5. 显示器
6. 打印机 7. 机箱 8. 指示灯 9. 键盘 10. 通信口

3 实验结果

3. 1 实测结果

配制五个已知浓度的钴标准溶液(取自株州六〇一厂), 分别使用本仪器进行分析, 以检查其分析的准确性, 分析结果如下。

表 1 准确性测量

Table 1 Accuracy

	(mg/L)				
已知浓度	0.5	1.0	1.5	2.5	3.5
实测浓度	0.51	1.02	1.50	2.50	3.49

由表可以看出, 该仪器的分析误差不超过 2%, 完全可满足工业生产的需要。

3. 2 重现性

取浓度为 1.5 mg/L 的样品溶液进行重现性实验, 每小时测定一次, 分两天进行, 共测得 15 个数据, 见表 2。所有数据的误差都未超过 0.02, 相对标准偏差为 0.8%, 由此可见仪器的重现性很好。

表 2 重现性实验

Table 2 Reappearance

	(mg/L)														
次 数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
结 果	1.50	1.49	1.49	1.50	1.51	1.50	1.50	1.50	1.49	1.50	1.49	1.51	1.52	1.50	1.50

4 结束语

智能型钴自动分析仪操作简单, 既能完成随时随地的来样分析又能用于不间断的在线分析, 其整个过程为自动完成, 再加上取样量和分析速度的可调整性, 实现了过程分析的智能化, 分析结果重现性好, 真正达到了省时、省力的效果, 适用于工业生产

中的连续在线测定。

参考文献:

[1] 中华人民共和国国家标准 GB5194. 3-85.
[2] 何立民编. MCS-51 单片机应用系统设计[M]. 北京: 北京航空航天大学出版社, 2000.
[3] 藤召胜, 贺国强. 便携式智能仪器的工业设计[J]. 中国仪器仪表, 2001, 3.

The Development of an Intelligent Cobalt Analyzer

REN Feng-lian, WANG Lei, LI Zhu-ying

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: An automatic analyzer for determination of cobalt in solution is described. Its chemical analysis is based upon nitroso R salt photometry method which is also a national standard one. The whole analysis process is automated by mechanical transmission and a system of single chip computer during sampling, signal processing and reporting the analysis result. The whole structure adopts trapezoid truss. It's convenient to use and very applied.

Key words: intelligent; cobalt; analyzer

Classifying number: O657. 3