

DOI: 10.3724/SP.J.1187.2012.01113

721型分光光度计的改进及应用研究*

安艳波 陈焕文 丁健桦 肖赛金

(东华理工大学江西省质谱科学与仪器重点实验室, 南昌 330013)

摘要: 721型分光光度计是定性定量分析最常用的仪器之一, 但是其研究对象局限于液体样品。为了拓展其研究对象范围、提高其市场竞争力, 以光纤代替传统的吸收池, 对721型分光光度计的光路进行了改进; 对改进后仪器的参数进行了优化后, 将其用于纸张、蜜桔等固体样品的分析。实验结果表明, 改进后的721型分光光度计性能稳定, 可对纸张、蜜桔等固体表面进行分析, 拓展了分光光度计的应用范围。此外, 利用改进后的仪器对南丰蜜桔进行分析时发现, 不同等级南丰蜜桔的消光信号表现出显著的差异, 表明该仪器有望用于非侵入式、现场、快速蜜桔等级区分, 并为其他蔬果的无损、现场和快速分级提供新思路和新方法。

关键词: 仪器改进; 光纤; 固体样品; 现场快速检测

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** A **国家标准学科分类代码:** 150.2545

The improvement and application of 721 visible spectrophotometers

An Yanbo Chen Huanwen Ding Jianhua Xiao Saijin

(Jiangxi Key Laboratory for Mass Spectrometry and Instrumentation, East China Institute of Technology, Nanchang 330013, China)

Abstract: 721 spectrophotometer is one of the most common analytical instruments that applied in qualitative and quantitative analysis. However, its application is limited to liquid samples. With the purpose of extending its research areas and improving its market competitive ability, the absorption cell of 721 spectrophotometer was improved by an optical fiber. After the optimization of the performances of the improved 721 spectrophotometer, it was used to analyze solid samples like oranges and papers. The results showed that the improved 721 spectrophotometer has a stable performance and can be used to analyze solid samples, such as fruit and paper. What is more, different grades Nanfeng oranges present distinct extinction intensities obtained by the improved 721 spectrophotometer, which show great promise in on-site, non-destruction, field analysis of Nanfeng orange with the improved 721 spectrophotometer.

Keywords: instrument improvement; fiber; solid samples; rapid field analysis

1 引言

721型分光光度计的光谱可调节范围为340~1 000nm, 是光谱分析中定性定量分析最常用的仪器之一, 因其具有操作简单^[1]、价格低廉以及分辨率和灵敏度较高^[2]、稳定性较好^[3]等优点, 也被广泛应用于教学和科研实践中^[4-8]。但是分光光度计的分析对象仅局限于液体样品。

为了拓展分光光度计的应用领域, 提高其市场竞争力, 本文对721型光度计进行了改进。在商品化的721型分光光度计中, 单色器、样品池、检测器在

同一平行线上, 经单色器分光后的入射光照射到样品池, 与样品发生吸收、散射、折射等相互作用后, 在与入射光平行的方向接收透射光信号, 如图1所示, 因此只能对液体样品进行分析。为了将721型分光光度计的检测对象拓展到固体表面样品, 本文对仪器的光路进行改进。入射光经单色器分光后耦合进入Y型光纤^[9-13], 而后照射到样品, 样品与入射光发生相互作用后, 承载了样品信息的透射光经由Y型光纤进入检测器被检测, 如图2所示)。与商品化721型分光光度计收集透射光信号不同, 改造后的分光光度计主要收集承载了样品信息的反射光, 而且, 由于样

本文于2012年3月收到。

*基金项目: 科技部重大仪器专项(编号: 2011YQ15004016)资助项目、东华理工大学博士启动金(编号: DHBK1006)项目资助。

品池与入射光不在同一平行线上, 该仪器不但可对液体样品进行分析, 还可对固体表面样品进行分析。本文对改进后仪器的性能和用途进行了初步探索。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

721型可见分光光度计(上海光谱仪器有限公司); 光纤(美国海洋光学); 南丰蜜桔(南丰柑橘所, 江西抚州); 蓝色、黄色纸张各一张。

2.2 试验方法

2.2.1 色度分析实验步骤

将黄色纸张固定于样品台, 并保持样品与光纤探头的距离为0.6 cm。开启仪器, 预热30 min后, 选择400~700 nm波长区间, 每10 nm测定一次样品的消光度值。取下黄色纸张, 将蓝色纸张固定于样品台, 重复上述步骤。

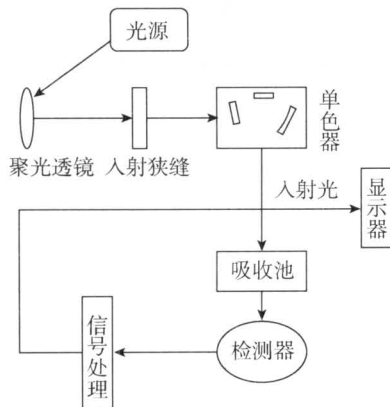


图 1 721 型分光光度计的光路图
Fig.1 The optical path of 721 spectrophotometer

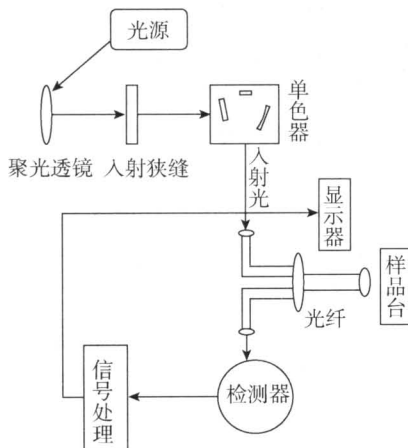


图 2 改进后的 721 型分光光度计光路图
Fig.2 The optical path of the improved 721 spectrophotometer

2.2.2 蜜桔分析实验步骤

随机抽选3个南丰蜜桔样品, 并将其固定于样品台上, 保持样品与光纤探头的间距为0.6 cm。开启仪器, 预热30 min后, 选择500~800 nm波长区间, 间隔10 nm测定样品消光度值, 得到蜜桔样品的特征光谱图。

不同等级蜜桔样品消光度值的采集按照以下步骤进行: 首先, 选择特优、优、差3个等级的蜜桔各30个。测定时, 将蜜桔固定于样品台上, 并保持样品与光纤探头的间距为0.6 cm。开机预热30 min后, 测定每个样品574 nm的消光度值。

3 结果与讨论

3.1 改造后仪器的性能优化

3.1.1 光纤探头与样品间距的选择

入射光与样品间的距离将对样品测定结果产生影响。为了获得好的分析结果, 以黄色纸张为标准样品优化Y型光纤探头与样品间的距离, 实验结果如图3所示。对于同一样品, Y型光纤探头与样品的距离从0~0.6 cm增加时, 样品消光信号随着距离的增加而逐渐增大。但当Y型光纤探头与样品的距离超过0.6 cm时, 样品消光信号随着距离的增加逐渐降低。造成这种现象的原因可能是当距离小于0.6 cm时, 光程的增加有利于入射光与样品的相互作用, 因此样品消光信号随距离的增加而增加; 但是, 当Y型光纤探头与样品距离大于0.6 cm时, 光程的增加使得入射光在空气中逐渐衰减, 因此样品消光信号随着距离的增加逐渐降低。在后续实验中, Y型光纤探头与样品的距离保持为0.6 cm。

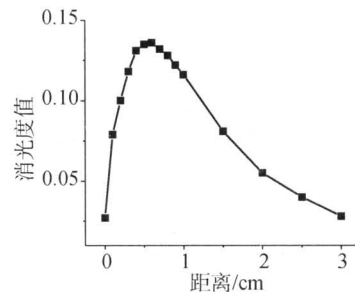


图 3 光纤与样品间的距离对消光度值的影响
Fig.3 The influence of distance between optical fiber and the sample on extinction intensities

3.1.2 光纤探头与检测器间距的选择

保持样品与Y型光纤探头为0.6 cm, 对Y型光纤探头与检测器之间的距离进行优化, 实验结果如图4

所示。随着Y型光纤探头与检测器之间的距离从0~2.0 cm逐渐加大,样品的消光信号逐渐降低,说明Y型光纤探头与检测器之间的距离越近越有利于信号的收集。因此,在后续的实验,将Y型光纤探头紧贴检测器,两者之间的距离为0 cm。

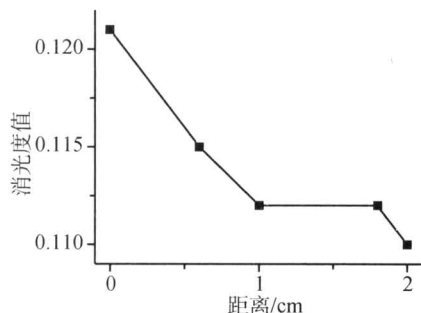


图 4 光纤与样品间的距离对消光度值的影响
Fig.4 The influence of distance between optical fiber and the detector on extinction intensities

3.1.3 稳定性和精密度实验

选择黄色纸张样品在560 nm处平行测定6次,结果如表1所示。由表1可以看出,标准偏差为0.002 0,相对标准偏差为1.20%,平行性较好,表明仪器具有较高的精密度和稳定性,能够满足正常实验需要。

表 1 纸张样品平行测定结果
Table 1 The parallel detection results of paper samples

测定结果	平均值	SD	RSD(%)
0.106, 0.105, 0.105 0.101, 0.102, 0.103	0.1036	0.0020	1.20

3.2 纸张样品分析

随着我国工业的发展,颜色已经成为评定许多产品质量的重要指标^[14]。很多行业对颜色^[15]的具体技术指标都有严格的要求,如:化妆品、国防、纺织印染、汽车、医药和家电等行业。目前颜色检测仪器主要有色差计和分光测色仪这两种,色差计测量速度快,也具有适当的测量精度,但是在对测量结果有严格要求的领域具有一定的局限性,例如微小色差的评价等。分光测色仪可以精确的测量颜色,但是结构复杂,操作繁琐,成本较高,适用于要求较高的测色与配色场合^[16]。

利用改进后的721型分光光度计,本文对不同颜色的纸张样品进行分析,以考察改进后的仪器在色度分析中应用的可能性。从图5可以看出,蓝色样品消光度值在400~460 nm区间内无明显变化,在480 nm附近出现最大峰,峰值为0.041 5,消光度值从480 nm处开始降低,580~700 nm区间内消光度值无明显变

化;黄色样品消光度值在400~460 nm区间内亦无明显变化,从460 nm处开始呈上升趋势,至58 nm附近出现最大峰,峰值为0.168 5,590 nm附近出现最小峰,峰值为0.057。由上述实验可看出,改进后的721型分光光度计虽然无法精确测量出色源的三刺激值和色品坐标,但可应用于色差快速分析评价中,并且具有仪器成本低、操作简单、检测速度快等优点。

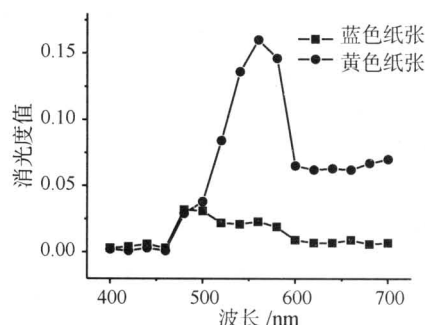


图 5 不同颜色标准纸张的消光光谱
Fig.5 The extinction spectra of different color standard paper

3.3 蜜桔样品分析

目前几乎所有水果的分拣系统均是基于水果大小来进行的,但是实际上水果的品质与大小并无直接联系,其品质和口味主要由可溶性固形物决定。因此,需要建立全新的水果品质的绿色、非侵入性、快速的分级方法,以更好的保证水果质量和维护产地证权。本文选择南丰蜜桔为样品,考察改进后的721型分光光度计在蜜桔等级区分中的可行性。

3.3.1 单个样品吸光度测定

随机选择3个蜜桔采集其500~800 nm的消光信号,如图6所示。从500~570 nm,蜜桔的消光信号急剧增强,574 nm时消光度值达到最大;而后随着波长的增加,消光信号大幅度下降,587 nm时消光度值降到最低;当波长进一步增加时,消光度值缓慢增大并趋于平稳。

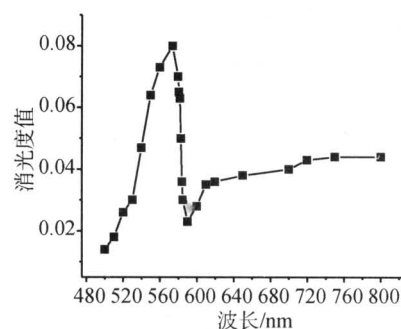


图 6 蜜桔样品的消光度值
Fig.6 The extinction intensities of orange sample

3.3.2 不同等级蜜桔样品的分析

光通过样品介质时,主要有两个因素使光强减弱:一是样品对光的吸收作用;二是样品对光的散射作用^[4]。蜜桔的品质、颜色和香味主要由可溶性固形物含量决定。可溶性固形物包括碳水化合物、有机酸、氨基酸、维生素、矿物质、各种类脂、类胡萝卜素、叶黄素和一些挥发性物质等,能吸收可见光信号。同时,蜜桔样品表面粗糙程度的不同也将造成光散射信号强度的差异。理论而言,因可溶性固形物含量的差异及表面粗糙程度的不同,不同等级的蜜桔样品的消光信号会有所差异。

为了验证本文的设想,选择特优、优、差3个等级的蜜桔样品各30个进行分析,实验结果如图7所示。3种等级的蜜桔样品,574 nm处的消光度平均值分别为0.083 9, 0.083 2, 0.062 4。从上述结果可以看出,从特优、优到差,消光度值依次降低,尤其是特优、优与差的蜜桔样品的消光信号差异显著,从而显示出改进后721型分光光度计在蜜桔品质等级区分中的应用潜能。

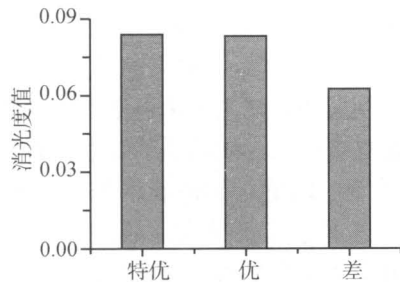


图7 不同等级蜜桔样品的消光度值

Fig.7 The extinction intensities of different grade orange samples

4 结论

721型分光光度计因具有操作简单、价格低廉等优点已成为可见光区定性和定量分析的主要仪器之一。但是,721型分光光度计只能对液体样品进行分析,为了拓展其应用领域、提高其市场竞争力,本文对721型光度计的样品池进行改进。在对不同等级蜜桔样品的分析中发现,不同等级的蜜桔样品消光信号表现出显著差异,显示出改进后的721型分光光度计在快速、无损、在线蜜桔等级区分中的应用潜能。本文通过光纤传感器对国产仪器进行改造,拓展其应用领域,使之能更灵活、方便的对不同对象进行分析,为不同领域提供有效的研究工具,为专用小型仪器的研制开辟新的制造途径,具有重要的科学技术意义和市场潜力^[17]。

参考文献:

- [1] 吴苏喜,刘瑞兴.用分光光度计快速测定烟草提取液的烟碱含量[J].仪器仪表学报,2006,27(2):205-208.
WU S X, LIU R X. Determination of nicotine in the extract solution from tobacco by spectrophotometer[J]. Chinese Journal of Scientific Instrument, 2006, 27(2): 205-208.
- [2] 庄会荣,吕庆淮.双波长分光光度法的研究进展[J].理化检验-化学分册,2007,43(7):607-610.
ZHUANG H R, LV Q H. Recent progress on the researches of DW-spectrophotometry in China[J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part B: chemical Analysis, 2007, 43(7): 607-610.
- [3] 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.
NI Y, HUANG M Z, YUAN B, et al. Development and current status of UV-VIS spectrophotometer[J]. Modern Scientific Instruments, 2004, (3): 3-7.
- [4] 花榕,张兴磊,周跃明,等.手持式消光光度计的研制及用于掺杂牛奶的现场快速检测[J].岩矿测试,2008,27(3):169-173.
HUA R, ZHANG X L, ZHOU Y M, et al. Development of a portable extinction photometer and its application to in situ rapid detection of adulterated milk[J]. Rock and Mineral Analysis, 2008, 27(3): 169-173.
- [5] 陈焕文,曹彦波,韩松柏,等.一种高灵敏度小型光度计[J].分析仪器,2000,(3):17-21.
CHEN H W, CAO Y B, HAN S B, et al. A highly sensitive mini-photometer[J]. Analytical Instrumentation, 2000, (3): 17-21.
- [6] 鞠挥,吴一辉.微型光谱仪的发展[J].微纳电子技术,2003,40(1):30-37.
JU H, WU Y H. Development of micro spectrometers[J]. Micronano-electronic Technology, 2003, 40(1): 30-37.
- [7] 万峰,范世福,肖松山.现代分析仪器发展的前沿技术和设计思想[J].分析仪器,2005(4):21-24.
WAN F, FAN S F, XIAO S SH. Frontier technologies and design concepts in the development of modern analytical instrumentation [J]. Analytical Instrumentation, 2005(4): 21-24.
- [8] 曹西群.现场光谱技术的标准化与推广应用[J].光谱实验室,2009,26(6):1579-1582.
CAO X Q. Standardization and application of spectrum technology at spot[J]. Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory, 2009, 26(6): 1579-1582.
- [9] 李亚非.一种反射式光纤传感器的研究[J].仪器仪表学报,2005,26(10):1097-1100.
LI Y F. Study on a new reflective optical fiber sensor[J]. Chinese Journal of Scientific Instrument., 2005, 26(10): 1097-1100.
- [10] AARON M, MICHAEL C, SUNIL S, et al. Hand-held spectroscopic device for in vivo and intraoperative tumor detection: contrast enhancement, detection sensitivity, and tissue penetration[J]. Anal. Chem, 2010, 82(21): 9058-9065.
- [11] MUSZALSKA I, PUCHALSKA M, SOBCZAK A. Determination of vitamin B6 by means of differential spec-

- trophotometry in pharmaceutical preparations in the presence of magnesium compounds[J]. *Drug Research*, 2011, 68(6): 845-851.
- [12] MALIN S F, RUCHTI T L, Blank T B, et al. Noninvasive prediction of glucose by near infrared diffuse reflectance spectroscopy[J]. *Clinical Chemistry*, 1999, 45(9): 1651-1658.
- [13] 孙圣和现代传感器发展方向[J]. *电子测量与仪器学报*, 2009, 23(1): 1-10.
SUN S H. Development trend of modern sensor [J]. *Journal of Electronic Measurement and Instrument*, 2009, 23(1): 1-10.
- [14] 李宏光, 吴宝宁, 施澹芳, 等. 几种颜色测量方法的比较[J]. *应用光学*, 2005, 26(3): 60-63.
LI H G, WU B N, SHA W F, et al. The Comparison of Multicolor Measurement Methods [J]. *Journal of Applied Optics*, 2005, 26(3): 60-63.
- [15] 程言志, 吕天阳, 王钺旋, 等. 基于表面属性颜色分布的三维模型检索[J]. *仪器仪表学报*, 2009, 30(8): 1707-1713.
CHENG Y Z, LV T Y, WANG Z X, et al. 3D model retrieval based on surface color properties and color distribution [J]. *Chinese Journal of Scientific Instrument*, 2009, 30(8): 1707-1713.
- [16] 樊洁, 颜昌翔. 便携式分光测色仪电路设计[J]. *仪表技术与传感器*, 2011(5): 6-19.
PAN J, YAN C X. Circuit design of portable spectrophotometer for color measurement [J]. *Instrument Technique and Sensor*, 2011(5): 6-19.
- [17] 王宇. 小型光纤光谱仪的研究[D]. 天津: 天津大学, 2006.
WANG Y. Research on mini fiber spectrometer [D]. Tian Jin: Tian Jin University, 2006.

作者简介:

安艳波: 1986 年出生, 2010 年于衡水学院获得学士学位, 现为东华理工大学硕士研究生, 主要研究方向为复杂基体样品的光度法快速分析。

E-mail: ayb1220@163.com

An Yanbo: was born in 1986, obtained his B. Sc. degree from hengshui university in 2010. Now he is a M. Sc. candidate in East China Institute of Technology. His main research interest is quick analysis. of complex matrix sample based on photometric method.