



【比色皿常识】

比色皿(又名吸收池,样品池)用来装参比液、样品液。配套在光谱分析仪器上,如分光光度计,血清蛋白分析仪,粒度分析仪等,对物质进行定量、定性分析。比色皿的制造工艺有两种,一种是粘合剂粘合而成,另一种是高温熔融而成。比色皿的材料通常来源于石英、熔凝硅石和光学玻璃。常用比色皿的形状有方形、矩形和圆筒形,容量一般为几毫升。也有用于少量试样的微型或超微型毛细管皿。另外还有高、低温恒温比色皿。

比色皿按照使用的波长范围分为可见光系列(称玻璃比色皿),紫外可见光系列(称石英比色皿),红外光系列(称红外石英比色皿)。紫外光度实验中的比色皿通常使用玻璃比色皿和石英比色皿,玻璃比色皿是用光学玻璃制成的比色皿,只能用于可见光区,适用于330~1000nm波长范围;石英比色皿是用熔融石英(氧化硅)制成的比色皿,既适用于紫外光区,也可用于可见光区,适用于200~400nm波长范围。

利用石英和玻璃比色皿在紫外光区和可见光区有无吸收的差异,在紫外光区时,由于玻璃比色皿强烈吸收紫外光,对实验数据和结果有影响,石英比色皿不吸收紫外光,不会影响数据,因此在紫外光区不使用玻璃比色皿而使用石英比色皿;而在可见光区,玻璃的影响非常小,可忽略,和石英比色皿一样均可以使用,但考虑到节约经济的因素,由于玻璃比色皿的价格远远低于石英比色皿,通常选择可见光区使用玻璃比色皿,紫外光区使用石英比色皿。

【比色皿的鉴别】

方法一:直观法

通过视觉、听觉的不同感官方法观察和比较比色皿的外观及澄清程度来进行辨别。

(1) 比色皿上通常会有字母标识,玻璃比色皿口沿处有“G”(Glass 玻璃),而石英比色皿口沿处有“Q”(Quartz 石英)或者“QS/S”(Quartz Glass 石英玻璃)。

(2) 如果没有字母标识或者标识已磨损,可以在口沿处由上往下看,如果棱面发绿就是玻璃的,透明或发白就是石英的。更确切地说,普通玻璃的断口是浅绿的,硼酸玻璃的断口是泛白的,而石英的断面是透明的。

(3) 可以听声辨别,石英敲击的声音比较清脆,玻璃器皿敲击时发出的声音发闷。



(4) 石英比玻璃的硬度大, 如果把两个比色皿对磨, 石英比色皿磨损微小, 而玻璃比色皿磨损比较大。

(5) 可用白炽灯照射, 透光度高的玻璃比色皿, 而石英比色皿里面应当稍浑浊。

以上都是快速简单的鉴别方法, 除非是光学专业人士, 否则极易由于个人差异产生误差, 一般情况只能作为权宜之法。并且现在的制备工艺精湛, 无论是玻璃比色皿还是石英比色皿外观都是澄清透明, 厚度、质量差别不大, 因此仅通过这些感官的直观鉴别方法是不可取的。

方法二: 机试法

使用紫外可见分光光度计机试来鉴别玻璃、石英比色皿和配对比色皿。

现行国家检定规程规定石英比色皿在 250nm 下吸光度应小于 0.07abs, 若吸光度大于 0.07abs 则为玻璃比色皿。

比色皿内不放置任何样品, 以空气为介质, 波长设置 250nm, 调零。将比色皿放置在样品道, 吸光值小于 0.07abs 的是石英的, 反之是玻璃的。

【比色皿配对】

从使用者的角度来讲, 对 UV-VISS 最关心的是仪器的稳定性和可靠性。所谓稳定性, 就是漂移小、重复性好。所谓可靠性, 就是光度准确度 (PA) 好, 故障率小, 出了故障能很快排除。但这里 PA 是最重要的。研究表明: 影响 UV-VISS 的 PA 的因素很多, 但从仪器的角度讲, 最主要的是杂散光、噪声、基线平直度和光谱带宽。但这只是指 UV-VISS 仪器本身的因素。然而, 影响 UV-VISS 的 PA, 还有一个长期被人们忽视的、极其重要的因素, 这就是比色皿的不配对给 UV-VISS 带来的分析测试误差。

现行的国家检定规程中规定配对的两只比色皿间差值不得超过 $\pm 0.5\%$ 。因为在可见光区, 玻璃比色皿和石英比色皿都可以使用, 所以可利用每对比色皿间的透光率直接进行比较。



使用 4 对比色皿, 在波长 500nm 下, 以空气和纯水为介质, 使用透光率 T 进行测量, 将每组比色皿中的一只透射率调为 100%, 测量另外一只透光率, 凡透射率之差不大于 5% ($\Delta T = 0.005 = 0.5\%$), 即可配对使用。

【比色皿的使用】

在使用比色皿时, 两个透光面要完全平行, 并垂直置于比色皿架中, 以保证在测量时, 入射光垂直于透光面, 避免光的反射损失, 保证光程固定。

比色皿一般为长方体, 其底及两侧为磨毛玻璃, 另两面为光学玻璃制成的透光面采用熔融一体、玻璃粉高温烧结和胶粘合而成。所以使用时应注意以下几点。

(1) 拿取比色皿时, 只能用手指接触两侧的毛玻璃, 避免接触光学面。同时注意轻拿轻放, 防止破损。

(2) 比色皿中不应长期盛放含有腐蚀玻璃物质的溶液。

(3) 比色皿高温后易爆裂, 因此不应放在火焰或电炉上加热或干燥箱内烘烤。

(4) 当比色皿里面被污染, 应用无水乙醇清洗, 并晾干或及时擦拭干净。

(5) 比色皿的透光面不应与硬物或脏物接触。

(6) 盛装溶液时, 高度应为比色皿的 $2/3$ 处, 光学面如有残液可先用滤纸轻轻吸附, 然后再用镜头纸或丝绸擦拭。

(7) 比色皿中的液体, 应沿毛面倾斜, 慢慢倒掉, 不要将比色皿翻转, 直接口向下放在干净的滤纸上吸干剩余液, 然后用蒸馏水冲洗比色皿内部倒掉(操作同上)避免液体外流, 使第 2 次测量时不用擦拭比色皿, 不致因擦拭带来的误差。

(8) 比色前将各个比色皿中装入蒸馏水, 在比色波长下进行比较, 误差在 ± 0.001 吸光度以内的比色皿选出 4-8 个进行比色测定, 可避免因比色皿差异造成测量误差

(9) 色皿在使用后, 应立即用水冲洗干净。必要时可用 1:1 的盐酸浸泡, 然后用水冲洗干净。



【比色皿清洗】

分光光度法中比色皿洁净与否是影响测定准确度的因素之一。因此,必须重视选择正确的洗净方法。

应按照测定的各种试剂,采用溶解中和的方法进行清洗,原则上是:一不能损坏比色皿的结构和透光性能;二能够采用中和溶解的方法来达到比色皿干净如初的效果。而分光光度计中比色皿洁净与否,则是影响测定准确度的因素之一。

当测定溶液是无机盐溶液,石英比色皿的一般清洁方法如下。

(1) 用乙醚和无水乙醇的混合液(各 50%)清洗。

(2) 若太脏可用专用洗液清洗。但时间要短(10 分钟之内),再用清水清洗干净。注意选择比色皿洗涤液的原则是去污效果好,不损坏比色皿,同时又不影响测定。

(3) 不能用洗洁精之类的清洁剂。以免影响测量。

(4) 比色皿不可用碱液洗涤,也不能用硬布、毛刷刷洗。

而当遇到测定各种酸、碱、有机溶液时,如若测定溶液是酸,如果不干净,可用弱碱溶液洗,若是测定溶液是碱,如果不干净,可用弱酸溶液洗,要是测定溶液是有机物质,如果不干净,可用有机溶剂,比如无水乙醇等溶液洗。

值得注意的是,分析实验常用的铬酸洗液(洗液)不宜用于比色皿洗涤,这是因为带水的比色皿在该洗液中可能会产生热量,致使比色皿胶接面裂开而损坏。同时经洗液洗涤后的比色皿还可能残存微量铬(铬在紫外区有吸收),因此会影响实验的测定。一般主张使用硝酸和过氧化氢(5 :1)的混合溶液泡洗,然后用清水冲洗干净。

最后,对一般方法难以洗净的比色皿,还可以采取以下两种方法。

(1) 先将比色皿浸入含有少量阴离子表面活性剂的碳酸钠(20 克/升)溶液泡洗,经水冲洗后,于过氧化氢和硝酸(5 :1)混合溶液中再浸泡半小时。

(2) 在通风橱中用盐酸、水和甲醇(1 :3 :4)混合溶液泡洗,一般不超过 10 分钟。



【比色皿的管理维护】

(1) 按照实验中所使用的波长来选择相应的比色皿(玻璃或者石英),紫外光区用石英比色皿,而可见光区既可以使用玻璃比色皿,又可以使用石英比色皿。考虑到价格问题,可见光区选用玻璃比色皿。尽量做到专人专用或者专组专用,用完清理后就交回。这样不易搞混不同的比色皿,也不影响比色皿间的配对。

(2) 尽量做到每个实验每台紫外分光光度计有专用的配套比色皿,不相互混用。如有交叉使用,可记录在册,下次恢复正常。

(3) 用完即清洗(按上述方法),清洗后在通风阴凉处干燥,等彻底干燥后放入相应装具中。放置时,装具保持清洁干燥,比色皿应秉承“光面朝上,毛面在两侧”的原则,这样便于抓取两毛面拿出使用,不易弄污光面。