

JJG

中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 178—96

可见分光光度计

1996年12月31日批准

1997年6月1日实施

国家技术监督局

**可见分光光度计
检定规程**

Verification Regulation of
Visible Range Spectrophotometer

**JJG 178—96
代替 JJG 178—89**

本检定规程经国家技术监督局于 1996 年 12 月 31 日批准,并自
1997 年 6 月 1 日起施行.

归口单位: 浙江省技术监督局

起草单位: 浙江省技术监督检测研究院

本规程技术条文由起草单位负责解释.

本规程主要起草人：

王 洁 （浙江省技术监督检测研究院）

参加起草人：

杨如君 （国家标准物质研究中心）

姬伯良 （上海市计量测试技术研究院）

叶军安 （黑龙江省计量检定测试所）

目 录

一	概述	(1)
二	技术要求	(1)
三	检定条件	(3)
四	检定项目和检定方法	(4)
五	检定结果处理和检定周期	(7)
附录		
附录 1	参考波长表	(9)
附录 2	检定吸收池配套性的重铬酸钾稀溶液配制方法	(11)
附录 3	检定记录格式	(12)
附录 4	检定证书(背面)格式	(15)
附录 5	检定结果通知书(背面)格式	(16)

可见分光光度计检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后,波长范围为 360~800 nm 或以此为主要谱区的可见分光光度计的检定。

一 概 述

可见分光光度计(以下简称仪器)是依据物质对可见区辐射(光)产生的特征吸收光谱及朗伯-比尔(Lambert-Beer)定律,测量物质对不同波长单色辐射的吸收程度,进行定量分析的仪器。

Lambert-beer 定律的数学表达式如下:

$$A = \lg \frac{\Phi_0}{\Phi} = -\lg \tau = abc$$

式中 A ——物质的吸光度;

Φ_0 ——入射的单色辐射通量;

Φ ——透射的单色辐射通量;

τ ——物质的透射比;

a ——物质的吸收系数;

b ——通过被测物质的光路长度;

c ——物质的浓度。

仪器主要由光源系统、单色器系统、样品室和检测器系统组成。

二 技 术 要 求

1 仪器的分型分类

仪器的性能按表 1 分型分类。

2 外观与初步检查

2.1 仪器应有下列标志:仪器名称、型号、制造厂名、出厂时间、编号、工作电源电压和频率。

2.2 仪器应能平稳置于工作台上,各紧固件均应紧固良好,各调节器、按键和开关均能正常工作,电缆线的接插件均应紧密配合,接触

表 1 仪器的分型分类技术要求

允 许 限 类 别	项 目	稳定度 (%)			波长准确度 (nm)					波 长 重 复 性 (nm)	透 射 比 准 确 度 (%)	透 射 比 重 复 性 (%)	杂 散 辐 射 率 (%)	光 谱 带 宽 (nm)	τ -A 换 档 偏 差 (A)
		零 点	光 电 流	电 压 变 动	(330) 360 至 500	500 至 600	600 至 700	700 至 800	(800) 至 (1 000)						
光 栅 型	1	± 0.1	± 0.3	± 0.5	± 1.0					相 应 波 长 准 确 度 绝 对 值 的 一 半	± 0.8	0.2	0.3	6	± 0.003
	2	± 0.2	± 0.8	± 1.0	± 2.0						± 1.5	0.3	0.8	12	± 0.005
	3	± 0.5	± 1.5	± 1.5	± 3.0						± 2.5	0.5	2.0	20	± 0.008
棱 镜 型		± 0.5	± 1.5	± 1.5	± 3.0	± 5.0	± 6.0	± 8.0	± 10		± 2.5	0.5	4.0		± 0.008

注:数显仪器(在指标外)允许末位数变动 ± 1 。

良好。

2.3 仪器各标志与指示应清晰无误,刻线与数字应完整。

2.4 样品室应密封良好,无漏光现象。样品架应推拉自如、正确定位。

2.5 仪器处于工作状态时,光源发光应稳定无闪烁现象。当波长置于 580 nm 处时,在样品室内应能看到正常的黄色光斑。

2.6 仪器光谱范围的两端(有灵敏度换档开关的仪器,可选在合适的灵敏度档次),光量调节系统应能使透射比超过 100%。

2.7 吸收池的透光面应光洁,无划痕和斑点,任一面不得有裂纹。

3 稳定度

3.1 仪器零点在 3 min 内漂移引起的透射比示值变化应符合表 1 的要求。

3.2 光电流在 3 min 内漂移引起的透射比示值变化应符合表 1 的要求。

3.3 电源电压 220 V 变动其 $\pm 10\%$ 时,仪器透射比示值变化应符合表 1 的要求。

4 波长准确度与波长重复性

仪器波长准确度与波长重复性应符合表 1 要求。

5 透射比准确度与透射比重复性

仪器透射比准确度与透射比重复性应符合表 1 的要求。

6 杂散辐射率(杂散光)

光栅型仪器在波长 360 nm 处,棱镜型仪器在波长 420 nm 处,杂散辐射率应不大于表 1 的要求。

7 光谱带宽

光栅型仪器光谱带宽应不大于表 1 的要求。

8 τ -A 换档偏差

带有 τ -A 换档的仪器,选择开关(或按键)换档引起的吸光度示值偏差应符合表 1 的要求。

9 吸收池的配套性

配套使用的同一光径吸收池间的透射比之差(在 440 nm 与 700 nm 处)不得超过 0.5%。

10 绝缘电阻

仪器的绝缘电阻应不小于 5 M Ω 。

三 检定条件

11 检定环境条件

11.1 温度 10~30 $^{\circ}\text{C}$;相对湿度小于 85%。

11.2 电源电压 (220 \pm 22) V,频率(50 \pm 1) Hz。

11.3 仪器检定处不得有强光直射;放置仪器的工作台应平稳,周围无强磁场、电场干扰,无强气流及腐蚀性气体。

12 检定设备

12.1 调压变压器,规格为 500 VA,输出 0~250 V 可变.

12.2 频率计,45~55 Hz,准确度 0.5%.

12.3 交流电压表,准确度 2.5 级.

12.4 兆欧表,试验电压 500 V,准确度 1.0 级.

* * 13 标准器与标准物质

* 13.1 汞灯,具有标准参考波长(建议使用低压汞灯).

* 13.2 氧化钛溶液,氧化钛、镨钼、镨钕等玻璃滤光片,分别具有 2、4、6 nm 带宽下测得的波长标准值,波长总不确定度根据被检仪器等级分别优于 0.2,0.4,0.6 nm. 玻璃滤光片的波长标准值必须逐片标定给出.

* 13.3 标准干涉滤光片,技术性能应不低于 JJG812—93“干涉滤光片检定规程”中,用于检定波长的 1 级干涉滤光片的要求(波长准确度 ± 1 nm,带宽 < 15 nm). 滤光片峰值波长的参考范围如下:

370~400 nm,430~470 nm,530~570 nm,660~690 nm,760~790 nm.

13.4 可见光区光谱中性滤光片,透射比标称值为 10%、20%、30%(或 40%),透射比总不确定度根据被检仪器等级分别优于 0.2%,0.5% τ .

13.5 杂散辐射率测量滤光片,截止型(标称)半高波长分别为 (470 ± 5) nm 与 (400 ± 5) nm,截止波长分别不小于 430 nm 与 365 nm,截止区吸光度不小于 3,透光区平均透射比不低于 80%.

亚硝酸钠溶液,浓度为 50 g/L.

* 波长标准根据开展检定仪器的相应要求选购.

* * 经国家技术监督局批准的符合本规程要求的标准器与标准物质均可采用.

四 检定项目和检定方法

14 新仪器按本规程第 2~6 条与第 8~10 条检定(必要时可检定第 7 条);使用中与修理后仪器按第 2,4,5,6,8 条以及 3.1,3.2 款检

定,必要时或根据用户要求酌增第 3.3 款与第 7,9,10 条的检定.

15 外观与初步检查

按第 2 条要求进行.

仪器在工作状态下,按说明书要求预热后进行以下各项检定.

16 稳定度

16.1 仪器在光电检测器不受光的条件下,用零点调节器调至透射比零点,观察 3 min,读取透射比示值的最大漂移量,即为零点稳定度.

16.2 仪器波长分别置于仪器光谱范围两端往中间靠 10 nm 处,调整零点后,打开光门,使光电检测器受光,照射 5 min. 用光量调节系统的有关调节器将仪器透射比调至 95% (数显仪器 100%) 处. 观察 3 min,读取透射比示值的最大漂移量,即为光电流稳定度.

16.3 仪器波长置于 650 nm 处,将调压变压器接入外电源与仪器之间,用调压变压器输入 220 V 电压,调节仪器透射比示值至 95% (数显仪器 100%) 处,然后将电压降至 198 V,记录仪器透射比值的变化量;再用调压变压器把电压调至 220 V,将仪器透射比仍调至 95% (数显仪器 100%) 处,然后将电压升至 242 V,记录仪器透射比示值的变化量,即为电压变动稳定度.

17 波长准确度与波长重复性

17.1 对棱镜型仪器和光栅型第 3 类仪器,按照被检仪器的光谱范围选择相隔合理的干涉滤光片(不少于 3 片). 将各滤光片分别垂直置于样品室内的适当位置,并使入射光通过滤光片的有效孔径内. 从同一波长方向逐点测出滤光片的波长——透射比示值,求出相应的峰值波长 λ . 连续测量 3 次.

17.2 对光栅型第 1 类和第 2 类仪器(也适于本规程的其它仪器),按照被检仪器的光谱范围,选择相隔合理、性能合适的汞灯光谱线或氧化钛波长标准溶液,氧化钛、镨钕、镨钕玻璃滤光片的吸收峰作标准波长,从一个方向对参考波长进行测量,连续测量 3 次,记录波长测量值 λ . 用汞灯检定的仪器在汞灯测量完毕后,仍需用能置于样品室的其它任一种波长标准在长波区的吸收峰(如氧化钛溶液的 641.7 nm

处),作参考波长再次测量.

17.3 波长准确度按下式计算:

$$\Delta_{\lambda} = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \lambda_i - \lambda_s$$

式中 λ_i ——各次波长测量值(nm);

λ_s ——相应波长标准值(nm).

波长重复性按下式计算:

$$\delta_{\lambda} = \max \left| \lambda_i - \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \lambda_i \right|$$

18 透射比准确度与透射比重复性

18.1 用透射比标称值分别为 10%、20%、30%(或 40%)左右的光谱中性滤光片,分别在 440、546、635 nm 波长处,以空气为参比,分别测量各滤光片的透射比,连续测量 3 次(允许每次测量前对零点与 100%进行校正).透射比准确度按下式计算:

$$\Delta_{\tau} = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \tau_i - \tau_s$$

式中 τ_i ——每一滤光片第 i 次透射比测量值;

τ_s ——每一滤光片在相应波长下的透射比标准值.

18.2 透射比重复性按下式计算:

$$\delta_{\tau} = \max \left| \tau_i - \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \tau_i \right|$$

本式中 τ_i 取透射比标称值 30%的滤光片在 546 nm 波长处的测量值.

19 杂散辐射率(杂光)

棱镜式仪器在波长 420 nm 处,以空气为参比,用符合 13.5 款要求,(标称)半高波长为 470 nm 的截止型滤光片;光栅型仪器在波长 360 nm 处,用符合 13.5 款要求的(标称)半高波长 400 nm 的截止型滤光片,空气为参比,或用 50 g/L 的亚硝酸钠溶液,以蒸馏水为参比,测量其透射比值,即为仪器在相应波长处的杂散辐射率.

20 光谱带宽

在仪器光源室装上汞灯,将波长调至 435.8 nm(或 546.1 nm)附近.调整仪器,测出此条汞谱线最高输出信号在仪器上相应的透射比值.然后将波长退离该波长足量纳米数后向一个方向移动,读取该谱线两侧透射比值为该谱线最高输出信号(透射比值)一半的波长 λ_1 与 λ_2 ,则仪器光谱带宽:

$$\Delta\lambda = |\lambda_1 - \lambda_2|$$

注:可变狭缝仪器可在最小狭缝档测量.

21 τ -A 换档偏差

有 τ -A 转换功能的仪器,将波长置于 500 nm 左右,按仪器说明书要求进行 τ -A 转换的校正后,用光量调节系统的有关调节器将仪器透射比调至 30.0%(必要时可在样品室的光路上设置遮挡物或略调整波长位置),换至吸光度测量档,吸光度值与 0.523 之差即为 τ -A 换档偏差.

带微机的仪器不进行本项检定.

22 吸收池的配套性

在仪器其它项目检定合格后,将波长置于 440 nm 处,在仪器所附的同一光径吸收池中分别注入重铬酸钾稀溶液(含铬量约 $30 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$);在仪器波长 700 nm 处,分别注入蒸馏水.将其中一池的透射比调至 95%(数显仪器 100%),测量其它各池的透射比值.凡透射比之差不大于 $0.5\% \tau$ 的池可以配成一套使用.

23 绝缘电阻

用 500 V 兆欧表,在仪器非工作状态时,测量电源线与仪器外壳之间的电阻.

24 未完全包括于本规程范围内的其它类型可见分光光度计,可参照本规程,根据仪器说明书的要求进行检定,并在检定结果中附注说明.

五 检定结果处理和检定周期

25 以上各项检定数据均需记录在检定记录纸上.其中有关项目的数据应填写在检定证书或检定结果通知书上.

26 按本规程检定合格的仪器,发给检定证书,并按表 1 要求注明仪器合格的类别(光谱带宽与换档偏差不作为分类的依据);按第 3~6 条检定合格的使用中与修理后的仪器,如其它少数项目不合格而不影响使用的,可以发给检定证书,但须在证书上注明允许使用的条件和方法.

27 检定周期为 1 年,当条件改变(如更换或修理影响仪器主要性能的零配件或单色器、检测器等)或对测量结果有怀疑时,应随时进行检定.

附 录

附录 1

参 考 波 长 表

表 1 汞灯可见光谱线波长值及其相对近似强度

波 长 (nm)	相对强度	波 长 (nm)	相对强度	波 长 (nm)	相对强度
334.15	2	404.66	45	576.96	15
365.02	25	407.78	5	579.07	10
365.48	10	435.83	85	690.72	0.5
366.33	5	546.07	50		

注：光谱带宽大于 0.5 nm 的仪器不适于用 365.02 nm 组谱线；带宽大于 2.5 nm 的仪器不适于用 365.02 nm 组及 576.96 nm 组谱线。

* 表 2 氧化钛溶液吸收峰参考波长值 (nm)

光 谱 带 宽					
2	5	2	5	2	5
333.49	333.39	417.63	416.36	536.90	537.97
345.42	345.55	451.27	451.32	640.83	641.70
361.11	361.02	485.27	485.36		

注：光谱带宽大于 12 nm 的仪器不适于用 333.39 nm 与 345.55 nm 的吸收峰。

*表 3 氧化钛玻璃滤光片吸收峰参考波长值 (nm)

光 谱 带 宽					
2	5	8	2	5	8
360.9	360.9	360.8	536.6	536.5	536.5
418.5	418.3	417.9	638.0	637.9	637.8
446.0	446.5	447.0			

*表 4 镨钕玻璃滤光片吸收峰参考波长值 (nm)

光 谱 带 宽					
2	5	8	2	5	8
365.4	364.9	364.3	487.6	486.6	485.7
377.4	378.8	378.9	520.7	520.5	520.6
407.2	406.9	406.7	546.7	546.3	546.0
445.4	444.8	444.2	651.6	651.5	651.5

注:光谱带宽大于 12 nm 的仪器不适于用 365.4 nm 与 377.4 nm 的吸收峰。

*表 5 镨钕玻璃滤光片吸收峰参考波长值 (nm)

光 谱 带 宽					
2	5	8	2	5	8
431.3	431.8	432.1	585.8	585.7	585.8
513.7	513.7	513.9	739.4	740.0	740.4
529.8	530.1	529.6	807.7	807.4	807.0
572.9	574.2	574.9			

注:光谱带宽大于 13 nm 的仪器不适于用 513.7 nm 与 529.8 nm 的吸收峰和 572.9 nm 与 585.8 nm 的吸收峰。

*表 2、*表 3、*表 4、*表 5 均为本规程筛选的适合或较适合可见光仪器检定的参考波长。

附录 2

检定吸收池配套性的重铬酸钾稀溶液配制方法

用量筒量取约 500mL 蒸馏水倒入 500mL 烧杯中,用移液管吸取浓硫酸(H_2SO_4 分析纯)1.4mL,注入烧杯中,搅拌均匀待用。

在分析天平上称取重铬酸钾试剂($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 分析纯)42mg,置于 100mL 烧杯中;用上述待用稀硫酸溶液溶解后,移入 500mL 容量瓶中,以少量的稀硫酸溶液冲洗烧杯 3 次,冲洗液并入容量瓶内,然后再用稀硫酸溶液稀释至刻度,摇匀,即为含铬量约 $30\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的重铬酸钾稀溶液。置于阴凉处备用。

 $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 亚硝酸钠溶液配制方法

将亚硝酸钠固体试剂放入称量瓶(去盖)置于烘箱中,于 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下烘 2h,取出置干燥器中冷却至室温,在分析天平上称取 5.0g,置于 100mL 烧杯中,用小半杯蒸馏水溶解后,移入 100mL 容量瓶中,以少量蒸馏水冲洗烧杯 3 次,冲洗液并入容量瓶内,然后用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,置于阴凉处备用。

4 透射比准确度与透射比重复性

(%)

波长 (nm)	光谱中 性滤光 片片号	τ_s	τ_i			$\frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \tau_i$	$\Delta\tau$	$\delta\tau$
			1	2	3			
440	1							
	2							
	3							
546	1							
	2							
	3							
635	1							
	2							
	3							

5 杂散辐射率

检定波长	(nm)	杂散辐射率	(%)

6 光谱带宽

(nm)

	λ_1	λ_2	$\Delta\lambda$
435.8 nm 处 (或 546.1 nm)			

7 换档偏差

(A)

	标准值	实测值	换档偏差
30.0%处	0.523		

8 吸收池配套性

(%)

池号					
检定波长 (nm)					
440 ($K_2Cr_2O_7$)					
700 (H_2O)					

附录 4

检定证书(背面)格式

检 定 结 果

外观与初步检查_____

稳 定 度_____

波 长 准 确 度_____

透 射 比 准 确 度_____

杂 散 辐 射 率_____

光 谱 带 宽_____

换 档 偏 差_____

吸 收 池 配 套 性_____

结 论_____

附录 5

检定结果通知书(背面)格式

检 定 结 果

下述指标未达到检定规程要求:

检定项目	规程技术要求	实际检定结果
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

结 论 _____

中华人民共和国
国家计量检定规程

可见分光光度计

JJG 178—96

国家技术监督局颁布

*

中国计量出版社出版

北京和平里西街甲2号

邮政编码 100013

中国计量出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

版权所有 不得翻印

*

850×1168毫米 32开本 印张0.625 字数14千字

1997年5月第1版 1997年5月第1次印刷

印数 1—2500

统一书号 155026-901