

JJG

中华人民共和国国家计量技术规范

JJG 375—96

单光束紫外-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

**单光束紫外-可见分光
光度计检定规程**
Verification Regulation
of Ultraviolet Visible Range
Spectrophotometer in Single Beam

JJG 375—96
代替 JJG 375—85

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: 黑龙江省技术监督局

起草单位: 黑龙江省计量检定测试所

本规程技术条文由起草单位负责解释。

本规程主要起草人：

叶军安（黑龙江省计量检定测试所）

张秀兰（黑龙江省计量检定测试所）

参加起草人：

王洁（浙江省技术监督检测研究院）

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）

目 录

一 概述.....	(1)
二 技术要求.....	(1)
三 检定条件.....	(5)
四 检定项目和检定方法.....	(5)
五 检定结果处理和检定周期.....	(8)
附录	
附录 1 检测杂散光溶液的配制方法	(10)
附录 2 低压石英汞灯参考波长表	(11)
附录 3 重铬酸钾标准溶液在相应波长下不同温度时的 透射比值	(12)
附录 4 检定记录格式	(13)
附录 5 检定结果通知书(背面)格式	(16)

单光束紫外-可见分光光度计检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的波长范围为 190~850 nm,或以上述区域为主要谱区的单光束紫外-可见分光光度计的检定。

一 概 述

单光束紫外-可见分光光度计(以下简称仪器)是根据物质的分子对紫外、可见区辐射(光)产生的吸收光谱和 Lambert-Beer 定律测量物质的性质和含量的分析仪器。

Lambert-Beer 定律的数学表达式为:

$$A = \log(\Phi_0/\Phi) = -\log \tau = abc$$

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、样品室和检测系统组成。

二 技 术 要 求

1 外 观

1.1 仪器应有下列标志:名称、型号、编号、制造厂名、出厂日期、工作电源电压及频率。

1.2 仪器应能平稳地置于工作台上,各紧固件均应紧固良好,各调节旋钮、按键和开关均能正常工作,电缆线的接插件均能紧密配合,且仪器接地良好,样品架定位正确。

1.3 指示器刻线粗细均匀、清晰,数字显示清晰完整,运动部分应平稳,不应有卡滞、突跳及显著的空回。

1.4 样品室应密封良好,无漏光现象。

1.5 仪器处于工作状态时,光源无闪耀现象。氢灯(氙灯)能正常启辉,仪器的波长置于 580 nm 处,在样品室内,应能看到正常的光斑。

2 稳定度

仪器稳定度应符合表 1 的要求。

表 1 (%)

型 式	类 别	暗电流(3 min)	光电流(3 min)
棱 镜		±0.2	±0.5
光 栅	A	±0.1	±0.3
	B	±0.2	±0.5

3 波长准确度与波长重复性

3.1 仪器的波长准确度应符合表 2 要求。

表 2

型 式	类 别	波 长(nm)	准 确 度(nm)
棱 镜		200~350	±0.4
		350~500	±0.7
		500~700	±2.0
		700~850	±4.8
光 栅	A	190~850	±0.5
	B		±2.0

3.2 波长重复性应不大于相应波长准确度绝对值的一半。

4 灵敏度

棱镜式仪器的灵敏度应符合表 3 要求。

表 3

波 长(nm)	200	625	
狭缝宽度(mm)	0.5	蓝敏光电管 0.1	红敏光电管 0.06

5 最小光谱带宽

光栅型仪器 A、B 类最小光谱带宽应不大于标称带宽的 1.2 倍。

6 透射比准确度与透射比重复性

6.1 棱镜式仪器透射比准确度:新制造的仪器不超过 $\pm 0.5\%$;使用中和修理后的仪器不超过 $\pm 0.7\%$.

6.2 光栅式仪器其透射比准确度应符合表 4 的要求.

表 4

型 式	类 别	准 确 度 (%)
光 栅	A	± 0.5
	B	± 0.7

6.3 仪器透射比重复性应不大于相应透射比准确度绝对值的一半.

注:对于使用中和修理后的仪器,在 313 nm 波长处透射比准确度允许放宽 $\pm 0.2\%$.

7 基线平直度

仪器基线平直度应符合表 5 要求.

表 5

型式(自动扫描)	类 别	基线平直度(A)
棱 镜		± 0.007
光 栅	A	± 0.005
	B	± 0.007

8 噪 声

仪器噪声应符合表 6 要求.

表 6

型式(自动扫描)	类 别	(%)	
		0%线	100%
棱 镜		0.2	1.0
光 栅	A	0.2	0.5
	B	0.2	1.0

9 电源电压的影响

电源电压(220 \pm 22) V 变化时对仪器的影响应符合表 7 要求.

表 7

(%)

型 式	类 别	示值变化
棱 镜		±0.5
光 栅	A	±0.3
	B	±0.5

10 杂散辐射率

10.1 棱镜式仪器杂散辐射率：新制造的仪器不大于 0.6%；使用中修理后的仪器不大于 0.8%。

10.2 光栅式仪器杂散辐射率应符合表 8 的要求。

表 8

型 式	类 别	杂散辐射率(%)
光 栅	A	0.5
	B	0.7

11 吸收池的配套性

吸收池的配套性应符合表 9 的要求。

表 9

吸收池类别	波 长(nm)	配套误差(%)
石 英	220 700	0.5
玻 璃	440 700	0.5

12 绝缘电阻

仪器的绝缘电阻不低于 5 MΩ。

三 检定条件

13 检定环境条件

13.1 温度:10~30℃;相对湿度不大于85%。

13.2 电源:电压为(220±22)V;频率为(50±1)Hz。

13.3 仪器不应受强光直射,周围无强磁场、电场干扰,无强气流及腐蚀性气体。

14 检定用设备

14.1 调压变压器:500W;输出0~250V。

14.2 频率计:45~65Hz;准确度±0.5%。

交流电压表:150~300V;准确度1.0级。

14.3 兆欧表:试验电压500V;准确度1.0级。

秒表:分度值0.1s。

15 标准器与标准物质

15.1 石英汞灯

15.2 氧化钛玻璃滤光片、氧化钛溶液、镨钕、镨钕玻璃滤光片,要求具有2nm和5nm带宽下的波长标准值。

15.3 质量分数为0.06000/1000重铬酸钾的0.001mol/L高氯酸标准溶液。

15.4 光谱中性滤光片,其标称值为10%,20%,30%(40%)。

15.5 标准石英吸收池:规格为10.0mm,其配套误差为0.2%。

15.6 杂散辐射率标准溶液或滤光片,杂散辐射率滤光片截止波长分别不小于225nm与365nm,截止区吸光度不小于3,透光区平均透射比不低于80%。

注:以上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

16 外观按第一条要求,仪器预热后进行检定。

17 稳定度

17.1 仪器在接收元件不受光情况下,调整仪器零点使显示值为

0%，并观察 3 min，记录透射比示值最大变化即为暗电流稳定度。

17.2 仪器在接收元件受光情况下，并分别于仪器波长范围两端内缩 10 nm 处，调整透射比 100% 并观察 3 min，记录透射比示值最大变化即光电流稳定度（波长切换时，允许见光稳定 5 min）。

17 条适用非自动扫描仪器。

18 波长准确度与波长重复性

18.1 用汞灯光谱线中任选 5 条均匀分布的谱线作参考波长，单方向进行测量，最小带宽（自动扫描仪器，扫描速度慢如 60 nm/min 左右），狭缝调节仪器用较小缝宽如 0.02 mm，然后氢灯用 486.13 nm 谱线（氘灯用 486.00 nm 谱线），钨灯用锆钨滤光片 800 nm 左右（以实际标定值为准）的吸收峰作参考波长，再次测量，以上测量连续 3 次。

18.2 波长准确度按下式计算：

$$\Delta_{\lambda} = 1/3 \cdot \sum \lambda_i - \lambda_s \quad (1)$$

式中 λ_i —— 第 i 次波长测量值；

λ_s —— 波长标准值。

波长重复性按下式计算：

$$\delta_{\lambda} = \max |\lambda_i - 1/3 \sum \lambda_i| \quad (2)$$

注：对于无法使用笔形汞灯的仪器，允许使用氧化钛玻璃或氧化钛溶液的吸收峰作参考波长。

19 灵敏度

棱镜式仪器波长分别置于 200 nm, 625 nm 处，调节暗电流为零后，打开光门，调节狭缝宽度，使透射比示值为 100%，读取相应的狭缝宽度。

20 最小光谱带宽

光栅型仪器用汞灯 435.83 nm 或仪器固有氘（氢）灯的特征谱线，如：656.1 nm（656.3 nm），有多挡多谱带宽的仪器，置最小带宽，测量谱线最大透射比值，手动式仪器由短波向长波方向移动，自动扫描式仪器直接扫出谱图，记录中心波长两侧透射比值下降 50% 时的波长读数 λ_1 、 λ_2 ， λ_1 与 λ_2 之差，即为仪器实际光谱带宽。

21 透射比准确度与透射比重复性

21.1 用15.3款提及的标准溶液和15.5款的标准吸收池,以0.001 mol/L高氯酸溶液为参比,光谱带宽2 nm(无光谱带宽调整档的仪器不设),分别在235,257,313,350 nm波长处测量其透射比,连续测量3次.

21.2 用透射比标称值为10%,20%,30%的光谱中性滤光片,其余条件参照21.1款,分别在440,546,635 nm波长处,以空气为参比,测量其透射比,连续测量3次.

21.3 按下式计算透射比准确度:

$$\Delta_r = 1/3 \sum \tau_i - \tau_s \quad (3)$$

式中 τ_i ——第*i*次透射比测量值;

τ_s ——透射比标准值.

按下式计算透射比重复性:

$$\delta_r = \max |\tau_i - 1/3 \sum \tau_i| \quad (4)$$

(4)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.

22 基线平直度

仪器波长置于起始位置,带宽2 nm,吸光度量程为±0.01.样品和参比皆空白,进行全波段扫描,测量图谱中起始点与最大偏移量之差(允许记录笔在更换光源或滤光片时有瞬间跳动).

23 噪 声

23.1 仪器波长置于500 nm处,光谱带宽2 nm,样品和参比皆空白,取最小量程,响应时间不大于1 s,定波长扫描2 min,测量图谱上最大一组峰-峰差值,即为仪器100%线噪声.

23.2 仪器波长置于500 nm处,取最小量程,将挡光板放入样品光束中,按23.1款的方法,检测0%线噪声.

第22、23条适用自动扫描型仪器.

24 电源电压影响

仪器波长置于500 nm处,用调压器输入220 V电压,调整透射比示值为100%;改变输入电压,记录仪器在198 V,242 V时的透射比示值(电压变动过程中于220 V处重新调整100%).

对透射比范围只有 0~100% 挡的仪器,可用 95% 代替 100%。

25 杂散辐射率

25.1 用浓度为 10 g/L 的碘化钠标准溶液,10 mm 标准石英吸收池,蒸馏水作参比,设有光谱带宽调整档的仪器置最大光谱带宽(狭缝调节仪器,在缝全高的条件下),于 220 nm 处,测量溶液的透射比。

25.2 用浓度为 50 g/L 的亚硝酸钠标准溶液,于 360 nm 波长处,其余同 24.1 款,测量溶液透射比。

上述两款也可使用符合 15.6 款要求的杂散辐射率滤光片。

25.3 对于需要测量仪器的低杂散辐射率数值时,使用透射比为 0.1% 的衰减片,先测出衰减片的透射比值,再以衰减片为参比,测量上述标准物质透射比值。两者透射比值的乘积即为杂散辐射率。

26 吸收池配套性

仪器所附的同一光径石英吸收池中装蒸馏水于 220,700 nm 处;玻璃吸收池装含铬量 30 mg/L 的重铬酸钾溶液,于 440 nm 处,装蒸馏水于 700 nm 处,将一个池的透射比值调至 100%,测量其它各池的透射比值。

对透射比范围只有 0~100% 挡的仪器,可用 95% 代替 100%。

27 绝缘电阻

用 500 V 兆欧表,测量仪器电源进线端与机壳(或接地端子)间的绝缘电阻(测试时,仪器处于非工作状态)。

28 对于测量方法没有完全包括在本规程范围内的其它类型单光束紫外-可见分光光度计,其主要技术指标可参照上述检定方法进行检定,技术要求可参照仪器说明书中注明的指标要求。

五 检定结果处理和检定周期

29 新制造的仪器应全面按 16~19 和 21~27 条进行检定,必要时按 20 条检定;使用中和修理后的仪器,原则上可不进行 20,24,27 条的检定,必要时也要检定。

30 按本规程检定合格的仪器,发给检定证书,并注明类别,若必检项目中(不包括第 26 条),某项指标不符合 A 类要求,定为 B 类使

用;不符合 B 类要求判为不合格,发给检定结果通知书,并注明检测数据.

31 检定周期为 1 年,在此期间内,仪器经修理或对测量结果有怀疑时,应及时进行检定.

附 录

附录 1

检测杂散光溶液的配制方法

表 1-1

试剂名称	分子式	分子量	级 别
碘 化 钠	NaI	149.89	分 析 纯
亚 硝 酸 钠	NaNO ₂	69.00	
硫 酸	H ₂ SO ₄	98.08	

表 1-2

名 称	规 格	数 量	名 称	规 格	数 量
天 平	200 g(0.1 mg)	1	磨口瓶	500, 1 000 mL	若干
烘 箱	0~200 °C	1	量 筒	500 mL	1
烧 杯	100, 500 mL	若干	移液管	5 mL	1
称量瓶	100 mL	1	干燥器	φ 20 cm	1
容量瓶	100, 500 mL	若干			

10 g/L 碘化钠和 50 g/L 亚硝酸钠水溶液配制方法

用称量瓶装碘化钠试剂粉末置于烘箱中,在(105±5) °C温度下烘 2 h,取出置于干燥器内冷却至室温,在天平上称取碘化钠 5.0 g,放入烧杯中,用蒸馏水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用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线,摇匀后倒入棕色磨口瓶保存备用。

用同样方法称取亚硝酸钠 25.0 g 配制成亚硝酸钠水溶液。

附录 2

低压石英汞灯参考波长表

表 2

波 长(nm)	强度	波 长(nm)	强度	波 长(nm)	强度
253.65	130	312.57	10	404.66	45
265.20	0.5	313.15	15	407.78	5
275.28	0.5	313.18	1	435.83	85
280.44	0.5	334.15	2	546.07	50
289.34	0.5	365.02	25	576.96	15
296.73	10	365.48	10	579.07	10
302.15	1	366.33	5	690.72	0.5

注：(1)谱线强度与光源和检测器等因素有关，表 2 中的“强度”只供选择谱线时参考。

(2)谱线选择应照顾各区域同时考虑谱线强度。

附录 3

重铬酸钾标准溶液在相应波长下不同温度时的透射比值

表 3

温 度(℃)	235 nm	257 nm	313 nm	350 nm
10	18.0	13.5	51.2	22.6
15	18.0	13.6	51.3	22.7
20	18.1	13.7	51.3	22.8
25	18.2	13.7	51.3	22.9
30	18.3	13.8	51.4	22.9

附录 4

检定记录格式

仪器名称		型 号	
制 造 厂		出 厂 编 号	
送 检 单 位			
温 度		湿 度	
证书编号		检 定 日 期	
检 定 员		核 验 员	

1 外观与初步检查

2 稳 定 度

型 式	级 别	暗电流(3 min)	光电流(3 min)

3 波长准确度与波长重复性

λ	(nm)					
	测 量 值			平均值	$\Delta\lambda$	$\delta\lambda$

4 灵 敏 度

波 长(nm)	200	625	
狭缝宽度		紫	蓝

5 最小光谱带宽 (nm)

6 透射比准确度与透射比重复性

波 长(nm)	测 量 值 (%)			平均值	Δ	δ_r
235 257 313 350						
440						
546						
635						

7 基线平直度

型式(自动扫描)	级 别	基线平直度(A)

8 噪 声 (%)

型式(自动扫描)	级 别	0%线	100%线

9 电源电压影响

型 式	透射比值(198 V)	透射比值(242 V)

10 杂散辐射率

型 式	级 别	杂散辐射率(%)

11 吸收池配套性

波 长(nm)	池 号	池 号	池 号	池 号
220				
700				
440				
700				

12 绝缘电阻

(MΩ)

13 备 注

(1)

(2)

(3)

附录 5

检定结果通知书(背面)格式

检 定 结 果	
外 观	_____
稳 定 度	_____
波 长 准 确 度 (重复性)	_____
灵敏度或最小带宽	_____
透 射 比 准 确 度 (重复性)	_____
基 线 平 直 度	_____
噪 声	_____
外 电 压 影 响	_____
杂 散 光	_____
吸 收 池 配 套 性	_____
绝 缘 电 阻	_____

中华人民共和国
国家计量检定规程
单光束紫外-可见分光光度计
JJG 375—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18千字

1997年4月第1版 1997年4月第1次印刷

印数1—2000

统一书号 155026-902

定价：4.00元