



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 862—1994

全 差 示 分 光 光 度 计

Differential Spectrophotometer

1994—01—06 发布

1994—06—01 实施

国家技术监督局 发布

全差示分光光度计

检 定 规 程

Verification Regulation of

Differential Spectrophotometer

JJG 862—1994

本检定规程经国家技术监督局于 1994 年 01 月 06 日批准，并自 1994 年 06 月 01 日起施行。

归口单位：浙江省标准计量管理局

起草单位：浙江省计量测试技术研究所

青岛市计量测试所

本规程技术条文由起草单位负责解释

本规程主要起草人：

翁志高 （浙江省计量测试技术研究所）

刘兴华 （青岛市计量测试所）

参加起草人：

王 洁 （浙江省计量测试技术研究所）

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	(3)
五 检定结果处理和检定周期	(6)
附录 1 标准溶液及其配制方法	(7)
附录 2 检定记录格式	(9)
附录 3 检定证书和检定结果通知书 (背面) 格式	(11)

全差示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（以玻璃棱镜获得单色光，配电磁式表头指示器，并以可见光区为主）的全差示分光光度计（以下简称仪器）的检定。

一 概 述

仪器是根据物质分子对光的选择吸收特性和全差示分光光度法的朗伯—比尔（Lambert—Beer）定律，在可见光区以相对测量法，对物质含量进行定量测定的分析仪器。全差示分光光度法的朗伯—比尔定律的数学表达式为：

$$\begin{aligned} C &= C_r + A' / \alpha L \\ &= C_r + (1 / \alpha L) \lg [(i + 1) / (i + \tau)] \end{aligned} \quad (1)$$

或： $A' = \alpha L (C - C_r)$

式中： A' ——物质的全差示吸光度；

C ——物质的浓度；

α ——物质的吸收系数；

τ ——物质的透射比；

L ——液层的厚度；

C_r ——参比物质的浓度；

i ——全参示参数（或称微电流参数）。

仪器主要由光源、单色器、样品室、检测器、全差示参数系统和指示器等组成。

仪器可直接进行普通分光光度法和高吸收差示法测量，并且可利用全差示参数系统简单地进行低吸收差示法和最精密差示法的测量。

二 技 术 要 求

1 外观

1.1 仪器表面油漆和镀层不得有明显损伤和剥落现象。名称、型号、制造厂名、出厂日期、仪器编号及制造许可证标志应清楚完整。

1.2 仪器应能平稳置于工作台上，各紧固件紧固良好，所有调节旋钮、开关和按键均能正常工作，波长度盘无打滑现象，吸收池架拉杆能推拉自如、定位正确，各透光孔透光量相同。

1.3 仪器指示器的刻线、刻字和读数标线应粗细均匀、清晰完整，指针宽度不大于刻线宽度，并应与刻线平行。

1.4 仪器处于工作状态时，光源灯应无闪烁现象；全差示参数 i 应能在全刻度范围内连续可调；暗电流在灵敏度各档均可用零点调节器调至零点。波长置于 580 nm 处，应

能看到明亮、完整、边界清晰的黄色光斑。

1.5 仪器所配吸收池的透光面应光洁，不应有划痕、斑点，任何一面不得有裂纹。

1.6 电磁式表头指示器，其阻尼时间不得大于 6 s。

2 波长准确度与重复性

2.1 仪器的波长准确度应符合表 1 要求。

表 1

nm

波 长 范 围	准 确 度
360~500	± 3
500~600	± 5
600~700	± 6
700~800	± 8

2.2 仪器的波长重复性应不大于相应波长准确度绝对值的 1/2。

3 稳定度

3.1 暗电流在 3 min 内漂移所引起的吸光度示值变化量应不大于 0.005 A'。

3.2 光电流在 3 min 内漂移所引起的吸光度示值变化量应不大于 0.010 A'。

3.3 输入电源电压 220 V，变动 $\pm 10\%$ 时，吸光度示值变化量应不大于 0.015 A'。

4 全差示参数 i 设置偏差

仪器的全差示参数 i 设置相对偏差应不超过 $\pm 10\%$ 。

5 检测范围

5.1 仪器的检测下限应符合表 2 要求。

表 2

波长/nm	标 准 溶 液	检测下限 / ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}/0.01\text{ A}'$)
440	重 铬 酸 钾	≤ 0.25
690	硫 酸 铜	≤ 10

5.2 仪器对重铬酸钾的检测上限应不小于 400 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

6 仪器的线性误差应不超过 $\pm 6\%$ 。

7 测量重复性

对同一浓度的重铬酸钾标准溶液连续测量 5 次，其吸光度示值重复性应不大于 0.010 A'。

8 吸收池成套性

配套使用的吸收池间吸光度示值之差应不大于 0.005 A'。

9 仪器的绝缘电阻应不小于 20 M Ω 。

三 检定条件

10 检定环境及注意事项

- 10.1 仪器应放置在平稳的、没有强光直射的工作台上，附近无强电磁场干扰。
 10.2 温度 $5\sim 35^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度不大于 85%。
 10.3 仪器应接地良好。检定前，仪器应在测量状态下预热 20 min。

11 检定设备

- 11.1 干涉滤光片（半宽度不大于 15 nm），其标准参考波长应由波长准确度不超过 $\pm 0.3\text{ nm}$ 的分光光度计在常用的光谱带宽下标定（至少每年一次）。
 11.2 220 V，0.5 kVA 交流稳压器：稳压精度不小于 0.5%。
 11.3 调压变压器：0.2~0.5 kVA。
 11.4 秒表：分度值 0.1 s。
 11.5 兆欧表：500 V。
 11.6 0.05 mol/L 稀硫酸溶液，配制方法见附录 1。
 11.7 符合本规程第 8 条要求的标称光径为 10 mm 的吸收池一对。
 11.8 标准溶液*

含铬量为 200, 204, 208, 212, 216, 220 $\mu\text{g/ml}$ 和 4 $\mu\text{g/ml}$ 、400 $\mu\text{g/ml}$ 的重铬酸钾标准溶液，配制方法见附录 1。

含铜量为 150, 300, 450, 600, 750 $\mu\text{g/ml}$ 的硫酸铜标准溶液，配制方法见附录 1。

四 检定项目和检定方法

12 新制造的仪器应全面进行第 1~9 条技术要求的检定；使用中和修理后的仪器，第 3.3 款、第 8 条和第 9 条的项目可不检定。

13 外观与初步检查

按第 1.1~1.5 款技术要求以目测法进行；1.6 款在全差示参数 $i=4$ 处，调整好仪器零点与满度，然后测量示值从零点到满度的时间。

14 波长准确度与重复性的检定

14.1 选择不少于 3 块透射比峰值波长分布合理的干涉滤光片，以其峰值波长为标准参考波长，从短波向长波方向对每块干涉滤光片的峰值波长进行测量，连续 3 次，按 (2) 式计算波长正确度：

$$\Delta_{\lambda} = (1/n) \sum_{i=1}^n \lambda_i - \lambda_r \quad (2)$$

式中： λ_i ——波长的测量值；

* 国家计量行政部门批准颁布适用于规程需要的标准物质后，即应采用。

λ_r ——干涉滤光片透射比峰值波长值（标准参考波长值）；

n ——测量的次数。

14.2 按（3）式计算波长重复性：

$$\delta_\lambda = \max \left| \lambda_i - (1/n) \sum_{i=1}^n \lambda_i \right| \quad (3)$$

14.3 按（4）式计算波长准确度：

$$U_\lambda = \Delta_\lambda \pm \delta_\lambda \quad (4)$$

15 稳定度的检定

15.1 暗电流稳定度

置全差示参数 $i=6$ ，打开样品室盖（关闭光门），调节零点调节器使吸光度示值为 0.900 A'，历时 3 min，观察和记录吸光度示值的最大漂移量。

15.2 光电流稳定度

置全差示参数 $i=6$ ，灵敏度选择开关处于适当位置，波长分别置于波长示值两端内移 20 nm 处，合上样品室盖，调节光量调节器（100% τ 调节器），使示值为 0.100 A'，历时 3 min，观察并记录吸光度示值的最大漂移量。

15.3 在仪器供电电路中接入调压变压器，置全差示参数 $i=6$ ，灵敏度选择开关处于适当位置，波长置于 580 nm 处，合上样品室盖，调节光量调节器，使吸光度示值为 0.100 A'，然后用调压变压器将输入仪器的电压由 220 V 降至 198 V，观察并记录吸光度示值变化量。再把电压调到 220 V，将仪器吸光度示值仍调至 0.100 A'；用调压变压器将输入仪器的电压升到 242 V，观察并记录吸光度示值的变化量。

16 全差示参数 i 设置偏差的检定

16.1 仪器工作状态选择开关置于“普通”位置，表头功能选择开关置于“工作”位置，打开样品室盖，调节仪器零点调节器使透射比示值为零；合上样品室盖，调节光量调节器到透射比示值 100% 处；将仪器工作状态选择开关拨至“全差”位置，调节全差示参数调节旋钮使指示器回到 0% τ 处，打开样品室盖，将表头功能选择开关拨至“ i ”，在指示器上读取全差示参数 i 的测量值与标称值 $i=1$ 的偏差 Δ_1 。

16.2 紧接上述步骤，将表头功能选择开关拨回“工作”位置，合上样品室盖，用光量调节器将透射比示值调至 100% 处，再调节全差示参数调节旋钮使指示器示值回到 0% τ 处；打开样品室盖，将表头功能选择开关拨至“ i ”位置，在指示器上读取 i 值的测量值与标称值 $i=2$ 的偏差 Δ_2 。

16.3 重复第 16.2 款的步骤，依次测得 i 测量值与标称值 $i=3, 4, 5$ 的偏差 $\Delta_3, \Delta_4, \Delta_5$ ，按（5）式计算全差示参数 i 设置的相对偏差：

$$\delta_i = (\Delta_i/i) \times 100\% \quad (i = 1, 2, 3, \dots) \quad (5)$$

式中： Δ_i ——各次测得的全差示参数偏差；

i ——全差示参数的标称值。

17 检测范围的检定

17.1 检测下限

全差示参数 $i=6$ ，波长置于 440 nm，以 0.05 mol/L 稀硫酸溶液作参比，测量含铬量为 4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的重铬酸钾标准溶液的吸光度示值，按 (6) 式计算铬的检测下限：

$$L_{\text{Cr}} = (4/A') \times 0.01 \quad (6)$$

式中， A' 为含铬量为 4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的重铬酸钾标准溶液的吸光度示值。

全差示参数 $i=6$ ，波长置于 690 nm，以 0.05 mol/L 稀硫酸溶液作参比，测量含铜量为 150 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的硫酸铜标准溶液的吸光度示值，按 (7) 式计算铜的检测下限：

$$L_{\text{Cu}} = (150/A') \times 0.01 \quad (7)$$

式中， A' 为含铜量为 150 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的硫酸铜标准溶液的吸光度示值。

17.2 检测上限

全差示参数 $i=6$ ，波长置于 440 nm 处，灵敏度选择开关置于最高挡，打开样品室盖，在吸收池中注入含铬量为 400 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的重铬酸钾溶液，放入测量光路，调节零点调节器使仪器示值为 1.000 A' ；合上样品室盖，调节光量调节器，在光量调节器 90% 调节范围内应能使仪器示值达到满度值 (0.000 A')。

18 线性误差的检定

18.1 全差示参数 $i=4$ ，波长置于 690 nm 处，以 0.05 mol/L 稀硫酸溶液作参比，测定含铜量为 150, 300, 450, 600, 750 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的硫酸铜系列标准溶液的吸光度值，每一浓度溶液测量两次，取其平均值。按 (8) 式计算线性误差：

$$\delta_i = [(k_i - k)/k] \times 100\% \quad (8)$$

其中

$$k = [1/(n-1)] \sum_{i=1}^{n-1} [(A'_{i+1} - A'_i)/(C_{i+1} - C_i)]$$

$$k_i = (A'_{i+1} - A'_i)/(C_{i+1} - C_i)$$

式中： C_i ——溶液的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

A'_i ——与溶液浓度相对应的吸光度；

n ——系列标准溶液中包含的不同浓度的溶液的个数。

18.2 在全差示参数 $i=4$ 条件下，波长置于 440 nm 处，以含铬量为 200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的重铬酸钾溶液作参比，测定含铬量为 204, 208, 212, 216, 220 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的重铬酸钾系列标准溶液的吸光度值，每一浓度溶液测量 2 次，取其平均值。按 (8) 式计算线性误差。

19 测量重复性的检定

全差示参数 $i=4$ ，以 0.05 mol/L 稀硫酸溶液作参比，波长置于 440 nm 处，对含铬量为 4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的重铬酸钾溶液连续测量 5 次（每次测量前允许校正暗电流零点和参比溶液的吸光度 0.000 A' ），分别记录各次测量的吸光度示值，按 (9) 式计算重复性：

$$\delta_{A'} = \max \left| A'_i - (1/n) \sum_{i=1}^n A'_i \right| \quad (9)$$

式中： A'_i ——各次测量的吸光度示值；

n ——测量次数。

20 吸收池成套性的检定

全差示参数 $i=6$ ，波长置于 440 nm 处，将含铬量为 $4\text{ }\mu\text{g/ml}$ 的重铬酸钾溶液分别注入所配的另一光径的吸收池中，将其中一只推入光路，调节灵敏度和光量调节器，使吸光度准确指在 0.100 A' 处，然后依次将各吸收池推入光路测量，记录各吸收池之间吸光度示值的差。

21 绝缘电阻的检定

用兆欧表测量仪器机壳与电源线之间的绝缘电阻。

22 测量方法未完全包括于本规程范围内的其它类型全差示分光光度计，可参照上述检定方法，根据仪器说明书或有关标准的技术要求进行检定，并在检定结果中附注说明。

五 检定结果处理和检定周期

23 按本规程检定合格的仪器发给检定证书。不合格的仪器发给检定结果通知书，并在检定结果中注明不合格项目。

24 检定周期

正常使用的仪器，检定周期为 1 年，条件改变（如更换零部件）或对测量结果有怀疑时，应及时进行检定。

附录 1

标准溶液及其配制方法

1 800 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 重铬酸钾标准储备液的配制

取基准重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 试剂于 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 烘箱中烘 2 h, 置于干燥器中冷却至室温, 用分度值为 0.1 mg 的①₃ 级分析天平准确称取 1.131 6 g, 以 0.05 mol/L 稀硫酸溶液溶解后置于 500 ml 容量瓶* 中并稀释至刻度, 摇匀。

2 5 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 硫酸铜标准储备液的配制

取分析纯硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 试剂, 用分度值为 0.1 mg 的①₃ 级分析天平称取 9.819 4 g, 用 0.05 mol/L 稀硫酸溶液溶解后置于 500 ml 容量瓶中并稀释至刻度, 摇匀。

3 重铬酸钾工作标准溶液的配制

3.1 200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 重铬酸钾标准参比溶液 (标准溶液母液) 的配制

用无分度吸管* 吸取重铬酸钾标准储备液 25 ml, 注入 100 ml 容量瓶中, 用 0.05 mol/L 稀硫酸溶液稀释至刻度, 摇匀。

3.2 204~220 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 重铬酸钾系列标准溶液的配制

用无分度吸管分别吸取 25 ml 重铬酸钾标准储备液注入 5 只 100 ml 容量瓶中, 再按附表 1 用无分度吸管分别吸取重铬酸钾标准溶液母液注入上述 5 只容量瓶中, 用 0.05 mol/L 稀硫酸溶液稀释至刻度, 摇匀。即为含铬量为 204, 208, 212, 216, 220 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的重铬酸钾系列标准溶液。

3.3 4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 重铬酸钾标准溶液的配制

用无分度吸管吸取含铬量为 200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的重铬酸钾标准溶液母液 2 ml, 注入 100 ml 容量瓶中, 用 0.05 mol/L 稀硫酸溶液稀释至刻度, 摇匀。

附表 1

序 号	系列标准浓度 / ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	所需标液母液体积 / ml
1	204	2
2	208	4
3	212	6
4	216	8
5	220	10

* 本附录所用容量瓶、吸管均为 B 级以上。

3.4 400 $\mu\text{g/ml}$ 重铬酸钾标准溶液的配制

用无分度吸管吸取重铬酸钾标准储备液 25 ml，注入 50 ml 容量瓶中，用 0.05 mol/L 稀硫酸溶液稀释至刻度，摇匀。

4 硫酸铜工作标准溶液的配制

150~750 $\mu\text{g/ml}$ 硫酸铜系列标准溶液的配制

用无分度吸管按附录 2 吸取硫酸铜标准储备液分别注入 5 只 100 ml 容量瓶中，用 0.05 mol/L 稀硫酸溶液稀释至刻度，摇匀。即为含铜量为 150, 300, 450, 600, 750 $\mu\text{g/ml}$ 的硫酸铜系列标准溶液。

附表 2

序 号	系列标液浓度 / ($\mu\text{g/ml}$)	所需标准储备液体积 / ml
1	150	3
2	300	6
3	450	9
4	600	12
5	750	15

5 0.05 mol/L 稀硫酸溶液的配制

用移液管吸取分析纯浓硫酸 (H_2SO_4 ，比重 1.84) 2.8 ml，注入约 1 000 ml 的蒸馏水中，摇匀备用。

附录 2

检定记录格式

仪器名称		检 定 员	
型 号		核 验 员	
制 造 厂		证书或通知书编号	
出厂编号		检定结论	
送检单位		室 温	
检定日期		湿 度	

1 外观与初步检查

2 稳定度

A'

电压不变	零点漂移 (3 min)		光电流漂移 (3 min)	紫	
				红	
电压变动	220 V→198 V		220 V→242 V		

3 波长准确度与波长重复性

nm

λ_r	λ_i			$\frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \lambda_i$	Δ_λ	δ_λ	U_λ
	1	2	3				

4 全差示参数 i 设置偏差

i 标 称 值	1	2	3	4	5
Δ_i					
$(\Delta_i / i) / (\%)$					

5 检测范围

波长/nm	标准溶液	检测下限/ ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}/0.01A'$)	检测上限/ ($\mu\text{g}/\text{ml}$)
440	重铬酸钾		
690	硫酸铜		

6 线性误差

试剂名称		重 铬 酸 钾				
质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{ml}$)		204	208	212	216	220
吸光度	1					
	2					
	平均					
线性误差/ (%)						
试剂名称		硫 酸 铜				
质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{ml}$)		150	300	450	600	750
吸光度	1					
	2					
	平均					
线性误差/ (%)						

7 测量重复性

A'

次 数	1	2	3	4	5	$\delta_{A'}$
吸 光 度						

8 吸收池成套性

池 编 号						
A'						
$\Delta A'$						

9 绝缘电阻

附录 3

检定证书和检定结果通知书（背面）格式

检 定 结 果

外观_____

波长准确度_____

稳定度_____

全差示参数偏差_____

检测上限_____

检测下限_____

线性_____

测量重复性_____