

MV_RR_CNG_0037 滤光光电比色计检定规程

1. 滤光光电比色计检定规程说明

| | |
|---------|--|
| 编号 | JJG179-1990 |
| 名称 | (中文) 滤光光电比色计检定规程 (英文) Verification Regulation of Filter Photoelectric Colorimeter |
| 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 |
| 主要起草人 | 王 洁 (浙江省计量测试技术研究所) |
| 批准日期 | 1990年7月4日 |
| 实施日期 | 1990年11月1日 |
| 替代规程号 | |
| 适用范围 | 本规程适用于新制造、使用中和修理后以滤光片获得单色光的光电比色计的检定。 光电比色计包括比色计、浓度比色计、生化分析仪、酶标分析仪等。 |
| 主要技术要求 | <ol style="list-style-type: none"> 1 外观 2 稳定度 3 灵敏度 4 线性误差 5 测量重复性 6 换档偏差 7 滤光片透光特性 8 吸收池成套性 |
| 是否分级 | 否 |
| 检定周期(年) | 1 |
| 附录数目 | 4 |
| 出版单位 | 中国计量出版社 |
| 检定用标准物质 | |
| 相关技术文件 | |
| 备注 | |

2. 滤光光电比色计检定规程摘要

一 概 述

滤光光电比色计(以下简称仪器)是依据物质分子对可见光产生的特征吸收光谱及光吸收定律(朗伯-比尔定律)的原理,用未知浓度样品与已知浓度标准物质比较的方法进行定量分析的仪器。

朗伯-比尔定律的表达式如下:

$$A = -\log \tau = abc$$

式中: A ——物质的吸光度;
 τ ——物质的透射比;
 a ——物质的吸收系数;
 b ——光路长度;
 c ——物质的量浓度。

仪器的一般工作曲线示意图如图 1。

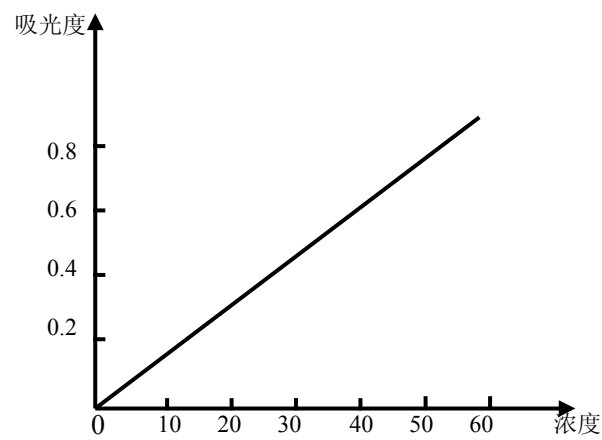


图 1 一般工作曲线示意图

二 技术要求

1 外观

1.1 仪器应有下列标志: 仪器名称、型号、制造厂名、出厂时间及编号。

1.2 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、按钮、开关均能正常工

作，电缆线的接插件均应紧密配合，接触良好。仪器处于工作状态时，光源发光应稳定。

1.3 仪器样品架应推拉自如，无松动卡住现象，并能正确定位。各透光孔透光量应一致。

1.4 仪器指示器应显示清晰，刻线、刻字等应完整均匀。指示线宽度不大于刻线宽度，并应与刻线平行。数显仪器的数字显示不应有断缺线。

1.5 仪器所配备滤光片分别置于滤光片槽中，光量调节系统在其调节范围的 80% 内，新仪器在其调节范围的 60% 内，均能使透射比达到 100%。

1.6 仪器所配备滤光片透光面不得有影响透光特性的疵病存在。滤光片标记明确，插换应灵便可靠。

1.7 检流计式仪器阻尼时间不得大于 4 s。

1.8 仪器所配吸收池透光区的透光面应光洁，不应有划痕、斑点和裂纹。

2 稳定度

2.1 仪器零点在 3 min 内漂移引起的透射比示值变化应不超过 0.5% (或吸光度 0.003)。

2.2 光电流在 3 min 内漂移引起的透射比示值变化应不超过 1.5% (或吸光度 0.007)。

2.3 电源电压 220 V 变动其 $\pm 10\%$ 时，仪器透射比示值变化应不超过 1.5% (或吸光度 0.007)。

3 灵敏度

仪器测定吸光度值的灵敏度 (以单位浓度吸光度表示) 应符合表 1 规定。

表 1

| 标准溶液名称 | 重铬酸钾 | 硫 酸 | 铜 |
|---|----------------------------|----------------------------|---------|
| 灵敏度($A/\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$) | $\geq 3.17 \times 10^{-3}$ | $\geq 7.00 \times 10^{-5}$ | 硒光电池探测器 |
| | | $\geq 4.50 \times 10^{-5}$ | 其它探测器 |

4 线性误差

在吸光度 0.1~0.8 范围内，仪器测定溶液的线性误差应不超过表 2 规定。

表 2

| 吸光度范围 (A) | 误 差 (%) |
|---------------|---------|
| 0.1~0.3 | ± 8 |
| 0.3~0.6 | ± 4 |
| 0.6~0.8 | ± 6 |

5 测量重复性

仪器测量重复性应不大于透射比 0.5% (或吸光度 0.003)。

自动切换样品池仪器应不大于透射比 1.0% (或吸光度 0.005)。

6 换档偏差

6.1 带有 τ - A 转换的仪器，选择开关 (或按键) 换档引起的吸光度示值偏差应不超过 0.010。指针式电表仪器暂定吸光度示值偏差不得超过 0.020。

6.2 带有倍率换档的仪器，选择开关 (或按键) 换档引起的吸光度示值偏差应不超过 0.010。

指针式电表仪器暂定吸光度示值偏差不超过 0.020。

7 滤光片透光特性

仪器所配置滤光片中心波长应符合以下要求：

玻璃滤光片 标称值 ± 10 nm

干涉滤光片 标称值 ± 5 nm

其它透光特性应符合仪器生产厂企标的要求。

8 吸收池成套性

配套使用的同一类型吸收池间的透射比之差不得超过 0.5% (或吸光度 0.002)。

一次使用四只池以上的仪器按企标要求检定。

三 检定条件

9 检定环境

9.1 温度 5~35 °C，相对湿度小于 85%。

9.2 仪器不得有强光直射；放置仪器的工作台应平稳。

9.3 仪器电源必须接地良好，没有强电磁场干扰；对于用磁饱和稳压器的仪器，供给被检仪器的 220 V 电源，频率为 50 \pm 1 Hz 范围内任一值，其稳定性用准确度 0.5% 的频率表监视时，不应有可察觉到的变化。

10 检定设备

10.1 分光光度计波长准确度优于 2.0 nm。

10.2 交流稳压电源：220 V、0.5 kVA、稳定度 0.5%。

10.3 调压变压器：0.5 kVA。

10.4 频率表：45~65 Hz，准确度 0.5%。

10.5 秒表：分度值不大于 0.1 s。

11 标准物质*

11.1 检定灵敏度与线性误差用玻璃滤光片透光特性应符合表 3 要求 (须用波长准确度优于 1.0 nm 分光光度计检定，每年一次)。

表 3

| 中心波长 (nm) | 半 宽 度 | 最高透射比 (%) |
|-------------|--------------|-----------|
| 430 \pm 3 | ≤ 90 nm | ≥ 45 |
| 660 \pm 5 | < 100 nm | > 45 |
| 670 \pm 3 | 陡度 ≥ 1 | > 80 |

11.2 绿色滤光片。

11.3 符合本规程第 8 条的吸收池一对。

11.4 0.05 mol/L 硫酸溶液。

11.5 重铬酸钾标准溶液 (0.05 mol/L 硫酸溶液为溶剂), 含铬量分别为 30、90、150、180 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。

11.6 硫酸铜标准溶液 (0.05 mol/L 硫酸为溶剂), 含铜量分别为 2 000、4 000、6 000、8 000 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。

* 国家计量行政部门批准颁布相应标准物质后, 即应采用。

四 检定项目和检定方法

12 新仪器按本规程第 1~9 条规定, 使用中、修理后仪器按第 1、3、4、5、6、7 条, 2.1、2.2 款检定, 必要时或根据仪器用户需要可酌增第 2.3 款, 第 8 条的检定。

13 外观与初步检查按第 2 条要求进行, 仪器按照说明书要求在工作状态下预热后进行以下各项检定。

14 稳定度

14.1 仪器在接收元件 (光电池或光电管) 不受光的条件下, 用零点调节器将仪器调至零点, 观察 3 min 内透射比示值的最大变化, 即为零点稳定度。

14.2 分别用紫色与红色滤光片。仪器校正零点后, 打开光门, 使接收元件受光。用光量调节系统的有关调节器或旋钮将仪器透射比调至 95% (数显仪器调至 100.0); 或吸光度 0.02 (数显仪器为 0.0) 处, 观察 3 min 内透射比 (或吸光度) 示值的最大变化, 即为光电流稳定度。

14.3 用红色滤光片, 将调压变压器接入外电源与仪器之间, 并调至 220 V, 调节仪器透射比示值为 95% (数显仪器调至 100.0), 或者吸光度示值为 0.02 (数显仪器为 0.0); 然后将调压变压器调至电压 198 V, 记录仪器透射比示值变化; 再用调压变压器仍调至 220 V, 将仪器透射比重调至 95% (数显 100.0); 或吸光度示值为 0.02 (数显 0.0), 然后将电压升至 242 V, 记录仪器透射比 (或吸光度) 示值变化, 即为电压变动稳定度。

15 灵敏度

用配套合格的 10 mm 吸收池, 0.05 mol/L 硫酸溶液作参比, 测定表 4 中各浓度标准溶液的吸光度*。每一溶液重复测量两次, 取其平均值。按下式分别计算相应滤光片下溶液的 K_{λ} 值:

$$K_{\lambda} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{A_i}{C_i} \quad (1)$$

式中: K_{λ} ——相应滤光片的每种溶液的平均单位浓度 ($\mu\text{g/ml}$) 吸光度值 (λ 为滤光片中心波长) (下同);

C_i ——溶液的浓度 (下同);

A_i ——与溶液浓度对应的吸光度值 (下同);

n ——吸光度落在 0.1~0.8 范围内不同浓度溶液的个数 (下同)。

表 4

| 标准溶液名称 | 溶液浓度 (含铬、铜 $\mu\text{g/ml}$) | 检定用玻璃滤光片中心波长 |
|--------|-------------------------------|--------------|
|--------|-------------------------------|--------------|

| | | | | | |
|------|-------|-------|-------|-------|-----------------------|
| 重铬酸钾 | 30 | 90 | 150 | 180 | 430±3 |
| 硫酸铜 | 2 000 | 4 000 | 6 000 | 8 000 | 硒光电池探测器仪器用 670 nm 截止型 |
| | | | | | 其它探测器仪器用 660 nm 带通型 |

灵敏度即用相应滤光片下的 k_{λ} 值表示之。

16 线性误差

用第 15 条中测得数据,按下式计算仪器在不同吸光度范围内的测量溶液的线性误差:

$$a_{\lambda} = \frac{\kappa_i - \kappa_{\lambda}}{\kappa} \times 100 \quad \%$$

式中: a_{λ} ——特定滤光片下的溶液测量线性误差;

κ_i ——各浓度溶液的单位浓度吸光度之值。

17 测量重复性

用红色滤光片,以 0.05 mol/L 硫酸溶液作参比,对含铜量 2 000 μ g/ml 的硫酸铜标准溶液,连续测量 5 次(每次测量前允许重新调整仪器零点与透射比 100%)。测量重复性用下式计算:

$$\Delta \tau_R = \tau_{\max} - \tau_{\min} \quad (3)$$

式中: τ_{\max} ——最大透射比(或吸光度)的测量值;

τ_{\min} ——最小透射比(或吸光度)的测量值。

18 换档偏差

18.1 用绿色滤光片,按仪器说明书要求校正透射比与吸光度转换后(一般按 100% τ 与 0.10 A 校正)。调节光量系统的有关调节器与旋钮等,使透射比示值为 50% (或 50.0),换至吸光度测量档,吸光度值与 0.301 之差即为 τ - A 换档偏差。

注: 指针式电表仪器与数显仪器同用此款。

18.2 用绿色滤光片。选择开关置于吸光度“ $\times 1$ ”档,校正仪器零点后调节光量调节系统有关调节器或旋钮,使吸光度值为 0.2,将量程开关分别置于仪器所具的吸光度各倍率档,读取相应的吸光度示值。按下式计算倍率换档偏差:

$$\Delta A = A_n \times n - 0.2 \quad (4)$$

式中: A_n ——换至每一倍率档后读取的吸光度值;

n ——相应档的倍率(各倍率档有相应刻度指标的仪器, n 为 1)。

注: 仅小数点移位的仪器不检此款。

19 滤光片透光特性

19.1 带通型滤光片透光特性用中心波长 λ_0 、最大透射比 τ_m 和半宽度 $\Delta \lambda$ 表示。

用符合 10.1 款要求的分光光度计,扫描或逐点(一般取点间隔小于滤光片的波长误差)绘出滤光片透射比—波长特性曲线(如图 2 所示)。由曲线求出 λ_0 、 τ_m 与 $\Delta \lambda$ 。

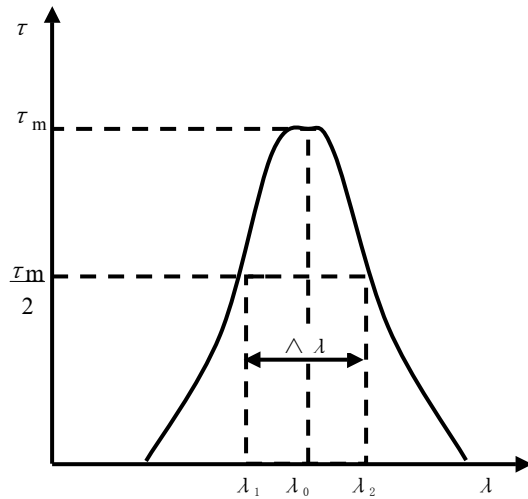


图 2 带通型滤光片透光特性示意图

λ_1 、 λ_2 —透射比为 $\tau_m/2$ 时分别对应的波长；

$\Delta\lambda$ —波长 λ_2 与 λ_1 相减之差

19.2 截止型滤光片透光特性用半高波长 λ_{Hm} 、最大透射比 τ_m 与陡度 H 表示。

用符合 10.1 款要求的分光光度计，扫描或逐点（同上）绘出滤光片透射比—波长特性曲线（如图 3 所示）。由曲线求出 λ_{Hm} 、 τ_m 与 H 。

$$\text{陡度} \quad H = A_{\lambda_1} - A_{\lambda_2} \quad (5)$$

式中： A_{λ_1} 、 A_{λ_2} ——波长分别为 λ_1 与 λ_2 时的吸光度值。

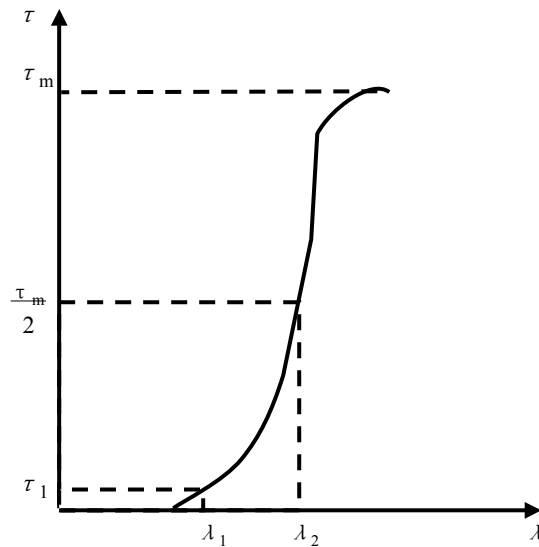


图 3 截止型滤光片透光特性示意图

λ_2 ——透射比为 $\tau_m/2$ 时对应的波长；

λ_1 —— λ_2 减去 20 nm 的波长数，对应透射比为 τ_1

20 吸收池成套性

在检定合格的仪器上，将含铬量 $30 \mu\text{g/ml}$ 的重铬酸钾标准溶液分别注入仪器配套使

用的同一类型吸收池 (流通池不检), 用紫色滤光片; 含铜量 $2\ 000\ \mu\text{g/ml}$ 的硫酸铜标准溶液, 用红色滤光片。将其中一个池的透射比调至 95% (数显仪器 100.0) 处或吸光度 0.02 (数显 0.0) 处, 测量其它各池的透射比值。凡透射比之差不大于 0.5% (吸光度 0.002) 的池可以配成一套使用。

21 测量方法未完全包括于本规程范围内的其它类型光电比色计等, 可参照上述检定方法, 根据仪器说明书或企标的要求进行检定, 并在检定结果中附注说明。

* 仅配备绿色滤光片专用仪器, 按附录2氯化钴标准溶液检定仪器灵敏度, 线性误差与吸收池成套性。

五 检定结果处理和检定周期

22 以上检定的各项数据均须记录在检定记录纸上。其中有关项目应填写或注明在检定证书或检定结果通知书上。

23 按本规程检定合格的仪器, 发给检定证书。检定不合格的仪器发给检定结果通知书。吸收池的检定结果和数据须另行注明。

24 滤光光电比色计检定周期为一年。

当条件改变 (如更换或修理影响仪器主要性能的零配件或检测器等) 或对测量结果有怀疑时, 应随时进行检定。

注: 需要查阅全文, 请与出版发行单位联系。