

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB / T 6778 - 93
代替 ZBY 197 - 83

紫外可见近红外分光光度计

1993 - 07 - 09 发布

1994 - 01 - 01 实施

中华人民共和国机械工业部 发布

1 主题内容和适用范围

本标准规定了紫外可见近红外分光光度计的型式和技术条件。

本标准适用于 ZBN33009 所规定的波长范围的紫外可见近红外分光光度计(以下简称仪器)。

2 引用标准

ZBY002 仪器仪表运输、运输贮存基本贮存基本环境条件及试验方法

ZBY003 仪器仪表包装通用技术条件

GB2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表(适用于连续批的检查)

GB2829 周期检查计数抽样程序及抽样表(适用于生产过程稳定性的检查)

ZBN33009 分光光度计系列及其基本参数

JB5517 光学仪器电气防护基本安全要求

3 仪器的型式

仪器的型式分为棱镜式和光栅式

4 技术要求

4.1 仪器正常工作条件:

- a. 环境温度: 5~35℃;
- b. 室内相对湿度不大于 85%;
- c. 仪器不应受到影响使用的震动和电磁场的干扰;
- d. 室内无腐蚀性气体;
- e. 供电电源: 电压 $220 \pm 22V$; 频率 $50 \pm 1Hz$.

4.2 波长准确度及重复性

波长准确度及重复性应符合表 1 要求

表 1

nm

型 式	仪器分级	波长范围	准确度	重复性
棱镜式		200	± 0.4	0.4
		350	± 0.7	0.7
		500	± 2.0	2.0
		700	± 4.8	4.8
		1000	± 8.0	8.0
		2500	± 10.0	10.0
光栅式	A	紫外可见	± 0.3	0.3
		近红外	± 1.5	1.5
	B	紫外可见	± 0.5	0.5
		近红外	± 2.0	2.0
	C	紫外可见	± 0.5	0.5
		近红外	± 2.0	2.0

4.3 仪器分辨力或最小光谱带宽

仪器分辨力或最小光谱带宽应符合表 2 要求。

表 2

型 式	仪 器 分 级	分 辨 力	最 小 光 谱 带 宽
棱镜式		分辨深度 D 大于 12%	
光栅式	A		仪器的最小光谱带宽应为仪器实际设置带宽的 0.8 - 1.2 倍
	B		
	C		

4.4 仪器透射比准确度及重复性

仪器透射比准确度及重复性应符合表 3 要求。

表 3

%

型 式	仪器分级	准 确 度	重 复 性
棱镜式		± 0.5	0.5
光栅式	A	± 0.3	0.3
	B	± 0.5	0.5
	C	± 0.5	0.5

4.5 杂光

仪器杂光应符合表 4 要求。

表 4

型 式	仪器分级	测定溶液	杂光(%)
棱镜式		氯化钾	1.0
光栅式	A	碘化钠	0.1
	B		0.1
	C		0.6
	A	亚硫酸钠或 JB400	0.1
	B		0.1
	C		0.6

4.6 基线直线性

仪器的基线直线性应符合表 5 要求。

表 5

型 式	仪器分级	测定波段	基线直线性(A)
棱镜式		紫外、可见、近红外	± 0.008
光栅式	A	紫外、可见	± 0.002
		近红外	± 0.003
	B	紫外、可见	± 0.003
		近红外	± 0.005
	C	紫外、可见	± 0.005
		近红外	± 0.008

4.7 漂移

仪器的漂移量应符合表 6 要求。

表 6

型 式	仪器分级	漂移(A)
棱镜式		0.005
光栅式	A	0.001
	B	0.002
	C	0.005

表 7

型 式	仪器分级	0% 线(%)	100% 线(%)
棱镜式		0.2	1.0
光栅式	A	0.1	0.3
	B	0.1	0.5
	C	0.2	1.0

4.8 噪声

仪器的噪声应符合表 7 要求。

4.9 外电压变化时引起的透射比示值变化

电压变动 $220 \pm 22V$ 时,所引起仪器透射比示值变化应小于 $\pm 0.5\%$ 。

4.10 仪器的电气防护基本安全要求

仪器在正常工作条件下,应符合 JB5517 的要求。

4.11 仪器运动部件,更换部件要求

仪器所有运动部位应灵活舒适稳定可靠,不应有卡死突跳和显著空回,更换部件应保证有可靠的互换性。

4.12 仪器外观

仪器所有电镀表面不应有脱皮现象,喷漆表面色泽应均匀,不得有明显的擦伤露底裂纹起泡现象,外

部露件结合处应整齐,无粗糙不平现象。

4.13 仪器的贮运性能

仪器在运输包装条件下,应符合 ZBY002 的要求,其中高温试验选用 +55℃,低温试验选用 -40℃,自由跌落高度 250mm。

5 试验方法

5.1 试验条件

5.1.1 本标准各项试验方法均在本标准 4.1 条所规定的条件下进行。

5.1.2 仪器在试验前,应先预热 30min。

5.2 波长准确度及重复性(本标准第 4.2 条)

5.2.1 试验工具

a、b、c 三种工具可任选一种。

a. 汞灯;

b. 氧化钛玻璃(厚 2mm);

c. 氧化钛溶液[标准溶液配制参见附录 B(补充件)B5]

d. 1,2,4-三氯苯。

5.2.2 试验程序

5.2.2.1 用汞灯光谱线(或氧化钛玻璃或氧化钛溶液的吸收波长),棱镜式仪器每波段范围内,波长检测不少于两点[参见附录 A 补充件 A1;A2;A3],任选五条基本均匀分布的谱线作参考波长,按单方向分别对每一谱线测量三次,三次测量的平均值与标称值之差,为波长准确度;三次测量的最大值与最小值之差,为波长重复性。

5.2.2.2 在近红外区采用 1,2,4-三氯苯检定:任选三条谱线,方法同 5.2.2.1,1,2,4-三氯苯吸收波长参见附录 A 补充件 A3

5.3 仪器分辨力或最小光谱带宽(本标准第 4.3)

5.3.1 试验工具

a. 汞灯;

b. 苯;

c. 配对石英吸收池一对。

5.3.2 试验程序

5.3.2.1 分辨力

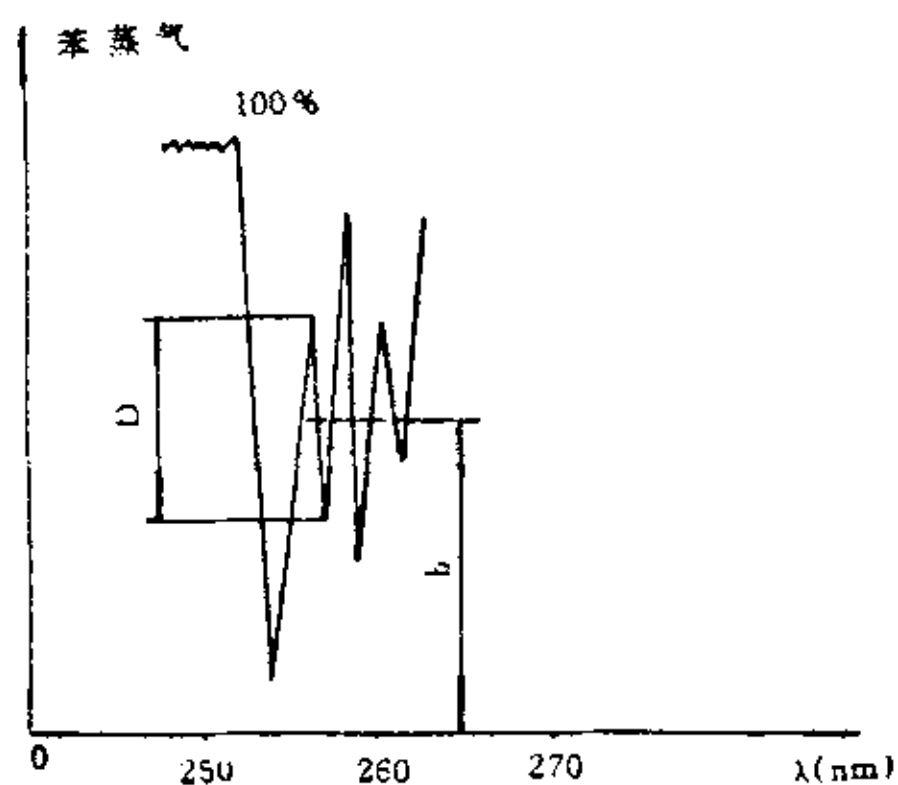


图 1

仪器取波长扫描方式,量程 0%~100%,最小带宽。将苯液滴入干燥的石英吸收池中,加盖,当苯蒸气充满吸收池空间后,放入样品光路中,在 258.9nm 处调节透射比为 100%,在 255nm~265nm 内扫描,按图 1 所示,计算分辨深度,D 表示分辨力。

5.3.2.2 最小光谱带宽

用汞灯 546.1(或 435.8)nm(或仪器特征)谱线,测量谱线轮廓,先找出其中心波长 λ_{max} ,此时透射比示值最大,然后使波长单向移动,记下中心波长两侧透射比示值下降 50%时的波长,读数 λ_1, λ_2 。

5.3.3 计算

谱带宽度计算公式

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

式中 λ_1, λ_2 ——中心波长两侧透射比示值下降 50% 时的波长位置

$\Delta\lambda$ ——实测谱带宽度

5.4 透射比准确度及重复性(本标准第 4.4 条)

5.4.1 试验工具

a. 含量为 60mg / L 的重铬酸钾标准溶液(其标称值的准确度优于 0.2%) [标准溶液配制参见附录 B (补充件)B4];

b. 可见中性滤光片(其透射比约为 10%; 20%; 30%, 标称值的准确度优于 0.2%);

c. 紫外可见中性滤光片(其透射比约为 10%; 20%; 30%, 标称值的准确度优于 0.2%);

d. 配对石英吸收池一对(配对误差小于 0.1%)。

5.4.2 试验程序

5.4.2.1 方法一、 光谱带宽为 2nm, 按要求校正仪器的零点, 然后用配制重铬酸钾工作标准溶液的参比液, 盛于 10mm 厚的石英吸收池中, 调透射比为 100%, 将经标定过的重铬酸钾盛于另一只吸收池中, 置于光路中, 按附录 A(补充件)A5 提供的数据测试, 每波长点各测三次, 三次的平均值与标称值之差为紫外区透射比准确度, 三次中最大值与最小值之差, 为其紫外区透射比重复性。

5.4.2.2 光谱带宽为 2nm, 按要求校正仪器零点及 100% 后, 分别用可见中性滤光片在波长为 546.1nm 处测其透射比, 各测三次, 三次平均值与标称值之差(为可见区透射比准确度; 三次中最大值与最小值之差,) 为其可见区透射比重复性。

5.4.2.3 方法二 用本标准 5.4.2.2 条的方法用紫外可见中性滤光片, 选择波长为 250.0nm; 360.0nm; 546.1nm, nm; 各测三次, 三次平均值与标称值之差, 即为透射比的准确度。三次测量的最大值与最小值之差, 为其透射比的重复性。

5.5 杂光(本标准第 4.5 条)

5.5.1 试验工具

a. 12g / L 的氯化钾溶液; [标准溶液配制参见附录 B(补充件)B1];

b. 10g / L 的碘化钾溶液; [标准溶液配制参见附录 B(补充件)B2];

c. 50g / L 的亚硝酸钠; [标准溶液配制参见附录 B(补充件)B3];

d. JB400 截止滤光片, (厚 2mm);

e. 配对石英吸收池一对。

5.5.2 试验程序

5.5.2.1 在波长为 200nm(棱镜型)或波长为 220nm 处(光栅型), 选择最大的光谱带宽, 以参比液作参比, 调透射比 0%; 和 100%; 然后在样品室内放置配制好的氯化钾或碘化钠溶液, 读取此时的透射比示值, 为仪器在 $\lambda = 200\text{nm}$ (或 220) 处的杂光测定值。

5.5.2.2 在 $\lambda = 340.0\text{nm}$ 处, 用亚硝酸钠溶液或 JB400 截止滤光片, 方法同 5.5.2.1, 测得 $\lambda = 340\text{nm}$ 处的杂光值。

5.6 基线直线性(本标准第 4.6 条)

试验程序

仪器置于起始波长, 带宽 2nm, 样品和参比光束皆为空白, 量程为 $\pm 0.01(A)$, 进行全波段扫描, 测量谱图中起始点与最大偏移量之差, 即基线直线性, 允许记录笔在更换光源或滤光片切换时有瞬间跳动。

5.7 漂移(本标准第 4.7 条)

试验程序

仪器经热平衡 2h 后, 将波长置于 500nm 处, 取带宽为 2nm, 样品和参比皆为空白, 量程为 $\pm 0.01(A)$, 进行定波长扫描 30min, 测量谱图上 0(A) 线平行包络线中心线的变化值, 即为仪器的漂移量。

5.8 噪声(本标准第 4.8 条)

5.8.1 试验程序

5.8.1.1 仪器测定波长置于 500nm, 光谱带宽 2nm, 样品和参比皆为空白, 量程为 1%, 进行定波长扫描 2min, 响应时间不大于 1s, 测量谱图上最大一组峰—峰差值, 即为该点波长处的噪声。

5.8.1.2 仪器波长置于 500nm 处, 量程为 1% τ , 然后将挡光板放入样品光束中, 用 5.8.1.1 方法检测 500nm 处的 0% 线噪声。

5.9 外电压变化时引起的透射比示值变化(本标准第 4.9 条)

5.9.1 试验工具

调压变压器

5.9.2 试验程序

仪器工作波长置于 500nm 处, 电压为 220V 时, 调透射比为 100%, 此时用调压变压器改变输入电压, 观察仪器在 198V, 242V 时的透射比示值变化。此变化值即为该仪器在电压变动时所引起的透射比示值变化。

试验方法同本标准第 5.4.2 条。

5.10⁹ 仪器的电气防护基本安全要求(本标准第 4.10 条)

按 JB5517 进行试验。

5.11 仪器运动部位(本标准第 4.11 条)

5.11.1 试验程序

实际操作试验。

5.12 仪器外观(本标准第 4.12 条)

5.12.1 试验程序

目测检验。

5.13 仪器的贮运性能(本标准第 4.13 条)

按 ZBY002 相应试验方法进行试验。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品的检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 出厂检验抽样检查应按 GB2828 的一次抽样检查。

6.2.2 出厂检验的项目分组、检查水平(IL)和合格质量水平(AQL)应符合表 8 要求。

表 8

不合格类别	技术条款	AQL	IL
A	4.6;4.7;4.8;4.9;4.10	2.5	II
B	4.2;4.3;4.4;4.5	4.0	
C	4.11;4.12	10	

注:AQL 均为每百单位产品不合格数。

当用户有特殊要求时, AQL 值按订货合同的规定。

6.3 型式检验

6.3.1 型式检验一般为每年进行一次, 产品在下列情况之一时, 亦应进行型式检验。

- a、新产品和老产品转厂生产的试制定型鉴定;
- b、正式生产后, 如结构、材料、工艺有较大改变, 可能影响产品性能时;
- c、正常生产时, 定期或积累一定产量后, 应周期性进行一次检验;
- d、产品长期停产后, 恢复生产时;

e、出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；

f、国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

6.3.2 型式检验应包括本标准中所规定的全部试验项目，型式检验的样品应从出厂检验合格的产品中随机抽取。

6.3.3 型式检验的抽样采用 GB2829 中一次抽样检查。

6.3.4 型式检验的项目分组、判别水平(DL)、不合格质量水平(RQL)和抽样方案应符合表 9 规定。

表 9

不合格类别	技术条款	RQL	抽样方案	DL
A	4.6;4.7;4.8;4.9;4.10	30	Ac=0, Rc=1	I
B	4.2;4.3;4.4;4.5;	65	Ac=1, Re=2	
C	4.11;4.12	100	Ac=2, Rc=3	

注：RQL 均为每百单位产品不合格数。

7. 标志、包装、运输及贮存

7.1 标志

7.1.1 产品标志

a. 制造厂名(或商标)；

b. 产品名称；

c. 产品型号；

d. 制造日期或编号。

7.1.2 包装标志

仪器的包装标志应符合 ZBY003 的要求。

7.2 包装

仪器的包装应符合 ZBY003 的要求。

7.3 运输

仪器应有遮蔽的运输工具运送。

7.4 贮存

仪器贮存环境应通风，周围无酸性气体，碱及其它有害物质，有包装的仪器应贮存有遮蔽的场所，周围无酸性气体，碱及其它有害物质。

附录 A
(补充件)

A1 汞灯发射光谱波长表

nm

205.29	296.73	404.66	579.00
230.21	313.16	435.83	607.26
245.20	365.02	491.60	690.72
253.65	365.48	546.07	
275.28	366.33	576.96	

A2 氧化钛玻璃吸收峰波长表

nm

241.5	333.7	418.7	484.5
279.4	360.9	453.2	° 536.2
287.5	385.9	460.0	637.5

A3 含量为 10% 高氯酸中 4% 氧化钛溶液吸收峰波长表

nm

241.13	361.31	485.29
278.10	416.28	536.64
287.18	451.30	640.52

A4 1,2,4-三氯苯的吸收波长

nm

1660.6	2312.6	2437.4	2543.0
2152.6	2403.0	2494.0 °	

A5 含量为 60mg / L 的重铬酸钾的透射比

%

波 长 nm		235.0	350.0
温 度 ℃	10.0	18.0	22.6
	15.0	18.0	22.7
	20.0	18.1	22.8
	25.0	18.2	22.9
	30.0	18.3	22.9

附录 B
标准溶液的配制
(补充件)

B1 含量为 12g / L 的氯化钾溶液

在天平上称取干燥过的氯化钾溶液(分析法)12g(准确至 $\pm 0.1\text{g}$)置于干燥杯中,用蒸馏水溶解,然后倒入 1000mL 容量瓶中,以蒸馏水稀释至刻度,摇匀并避光保存。

B2 含量为 10g / L 的碘化钠溶液

在天平上称取已干燥过的碘化钠(分析纯)10g(准确至 $\pm 0.1\text{g}$),按上述方法配成 1000mL。

B3 含量为 50g / L 的亚硝酸钠溶液

在天平上称取已干燥过的亚硝酸钠(分析纯)50g(准确至 $\pm 0.1\text{g}$)按上述方法配成 1000mL 的亚硝酸钠溶液。

B4 含量为 60mg / l 重铬酸钾溶液

在天平上称取重铬酸钾(基准试剂)60mg(准确至 $\pm 0.1\text{mg}$)置于干燥杯中,用适量蒸馏水溶解,并加入 1mL 的 1mol / L 的高氯酸,然后倒入到 1000mL 容量瓶中,以蒸馏水稀释至刻度,摇匀并避光保存。

B5 含量为 4g / L 氧化钛溶液

在天平上称取已干燥过的氧化钛(基准试剂)4g(准确至 $\pm 0.1\text{g}$),放至 100mL 的容量瓶中,再加入 10%高氯酸溶液至刻度,待溶解摇匀后,避光密封保存。

抽样方案举例

(参考件)

例 1、采用 GB2828 一次抽样, 批量 $N = 50$, A 类不合格 $AQL = 2.5$, B 类不合格 $AQL = 4.0$, C 类不合格 $AQL = 10$, $IL = I$, 求该批试验组的一次抽样方案和样品数 n ?

A 类不合格的正常检查一次抽样方案, $AQL = 2.5$,

查表得 $n = 5, Ac = 0, Re = 1$

B 类不合格的正常检查一次抽样方案, $AQL = 4.0$,

查表得 $n = 3, Ac = 0, Re = 1$

C 类不合格的正常检查一次抽样方案, $AQL = 10$,

查表得 $n = 5, Ac = 1, Re = 2$

例 2、采用 GB2829 一次抽样, 规定 A 类不合格 $RQL = 30$, ($Ac = 0, Re = 1$), B 类不合格 $RQL = 65$, ($Ac = 1, Re = 2$), C 类不合格 $RQL = 100$, ($Ac = 2, Re = 3$), 求该试验组的样品数 n ?

查表得: A 类不合格正常检查一次抽样方案, B 类不合格正常检查一次抽样方案, C 类不合格正常检查一次抽样方案的样品数 $n = 3$ 。

附加说明:

本标准由上海光学仪器研究所提出并归口。

本标准由上海光学仪器研究所负责起草。

本标准由张兴德负责起草。

本标准参照采用日本分析仪器工业协会标准 JAIMS001—82“紫外可见分光光度计的性能表示方法”和美国标准 ASTM E275—83“描述测量紫外可见近红外分光光度计性能的标准方法”。