



**Спектрофотометр  
модель УФ-1100**

**РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ**

**LAB-OBORUDOVANIE.RU**

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГ**

**=2016=**

**СОДЕРЖАНИЕ**

1. НАЗНАЧЕНИЕ.....	3
2. ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ.....	3
3. КОМПЛЕКТНОСТЬ .....	4
4. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ.....	5
5. УСЛОВИЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ.....	7
6. УКАЗАНИЕ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ .....	7
7. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ .....	8
8. ПОРЯДОК РАБОТЫ .....	8
9. МЕРОПРИЯТИЯ ПЛАНОВОГО ТЕХНИЧЕСКОГО ОБСЛУЖИВАНИЯ.....	11
10. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ .....	12
11. ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА .....	13
12. СВЕДЕНИЯ О РЕКЛАМАЦИЯХ.....	13
13. СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ УПАКОВЫВАНИИ .....	14
14. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ .....	14
ПРИЛОЖЕНИЕ А - РЕКЛАМАЦИОННЫЙ АКТ .....	15
ПРИЛОЖЕНИЕ Б - ОТЗЫВЫ И ПОЖЕЛАНИЯ.....	16

Настоящий Паспорт и Руководство по эксплуатации удостоверяют гарантированные производителем параметры и технические характеристики спектрофотометра УФ-1100.

Паспорт и Руководство по эксплуатации устанавливает правила эксплуатации спектрофотометра, соблюдение которых обеспечивает бесперебойную работу прибора.

Поставщик в своем сервисном центре обеспечивает гарантийное обслуживание спектрофотометра.

Прежде чем включить спектрофотометр, внимательно изучите данное руководство по эксплуатации, меры безопасности.

**1. НАЗНАЧЕНИЕ**

Спектрофотометр УФ-1100 предназначен для измерения коэффициента пропускания, оптической плотности и концентрации жидких проб различного назначения.

Область применения спектрофотометра - химические, биологические, оптические, эко-аналитические лаборатории промышленных предприятий и научно-исследовательских институтов.

**2. ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ****2.1 Общие сведения**

Спектрофотометр УФ-1100 представляет собой стационарный настольный лабораторный прибор, состоящий из оптико-механического и электронного узлов, установленных в корпусе. Спектрофотометр УФ-1100 построен по однолучевой схеме. В приборе используется монохроматор с дифракционной решеткой. В качестве источника излучения применена галогенная лампа, а в качестве приемника - фотодиод. Вывод результатов измерений осуществляется на многострочный графический дисплей.

Изготовитель устанавливает на спектрофотометр УФ-1100 3х-позиционные кюветодержатели (предусмотрено использование кювет из комплекта спектрофотометра КФК-3 с рабочей длиной кюветы до 100мм).

Название приборов наносится на шильду на русском языке.

**2.2 Информация о сертификации**

Спектрофотометр УФ-1100 имеет Свидетельство об утверждении типа средств измерений № 61807, выданное Федеральным Агентством по техническому регулированию и метрологии 06.04.2016 г. и зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений под № 63493-16.

Свидетельство действует до 28 марта 2021 г.



### 2.3 Основные технические данные

Наименование характеристики	Модель /Значение характеристики	
	УФ-1100	
Спектральный диапазон, нм	от 200 до 1050	
Диапазон измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания, %	от 0, 1 до 99	
Диапазон показаний спектральных коэффициентов направленного пропускания, %	от 0 до 200	
Диапазон показаний оптической плотности, Б	от -0,3 до 3,0	
Предел допускаемой абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении коэффициентов направленного пропускания, %:		
	- в спектральном диапазоне от 400 до 800, нм - в остальном спектральном диапазоне	±0,5 ±1,0
Погрешность установки длин волн, нм, не более	±1,0	
Спектральная ширина щели, нм	4,0	
Уровень рассеянного света (при $\lambda=340$ нм), %, не более	0,3	
Габаритные размеры (ДхШхВ), мм	450×360×160	
Масса, кг, не более	9	
Потребляемая мощность, В·А, не более	80	
Средний срок службы, лет	8	
Наработка на отказ, ч, не менее	6400	
Напряжение питания частотой (50±1) Гц, В	220 <sup>+22</sup> <sub>-33</sub>	
Условия эксплуатации		
	- диапазон температур окружающего воздуха, °С	от 15 до 30
	- диапазон относительной влажности окружающего воздуха (при 25°С), %	не более 80
- диапазон атмосферного давления, кПа	от 84 до 106	

### 2.4 Сведения о содержании драгоценных материалов

Материал	Содержание
Золото	нет
Серебро	нет
Платина	нет
Иридий	нет
Родий	нет
Палладий	нет
Рутений	нет
Осмиум	нет
Алмаз	нет

### 3. КОМПЛЕКТНОСТЬ

В комплект стандартной поставки спектрофотометра входят:

спектрофотометр УФ-1100	1
сетевой шнур	1
паспорт и руководство по эксплуатации (с приложениями)	1
адаптер (заглушка с пропусканием «0» для компенсации темнового тока) для установки кювет шириной 10 мм)	3
запасная галогенная лампа	1
программное обеспечение для подключения ПК	1
кюветы стандарта КФК-3 с длиной оптического пути 10 мм оптическое стекло	4
кюветы стандарта КФК-3 с длиной оптического пути 10 мм кварцевое стекло	2

Поставка дополнительных принадлежностей (светофильтров, 4-х позиционных кюветодержателей) производится по дополнительному заказу.

### 4. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

#### 4.1 Составные части

Спектрофотометр состоит из следующих основных частей (см. рис. 1):

1. галогенная лампа как источник света;
2. монохроматор для выделения спектрального диапазона требуемых длин волн;
3. кюветное отделение, служащее для размещения проб и калибровочных растворов;
4. детектор для регистрации света и преобразования его в электрический сигнал;
5. электроника, обеспечивающая проведение измерений и управление работой прибора;
6. графический дисплей для отображения результатов измерений и вспомогательной информации.

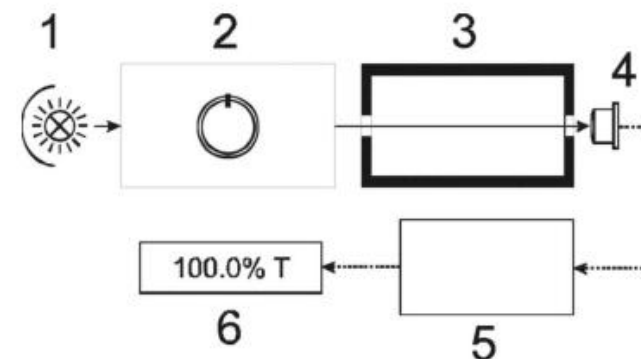


Рисунок 1 - Функциональная схема спектрофотометра.

#### 4.2 Принцип действия

Принцип действия фотометра основан на сравнении светового потока  $\Phi_0$ , прошедшего через растворитель или контрольный раствор, по отношению к которому производится измерение, и светового потока  $\Phi$ , прошедшего через исследуемую среду.

Световые потоки  $\Phi_0$  и  $\Phi$  преобразуются фотоприемником в электрические сигналы  $U_0$ ,  $U$ . Также измеряется  $U_t$  - сигнал от неосвещенного приемника. По величинам этих сигналов микропроцессором спектрофотометра рассчитывается и отображается на дисплее результат измерения в виде коэффициента пропускания, оптической плотности или концентрации в зависимости от выбранного режима измерения.

#### 4.3 Формулы, используемые при расчетах и обработке результатов измерений

Коэффициент пропускания  $\tau$ , %, исследуемого раствора определяется как отношение потоков или сигналов по формулам:

$$\tau = \frac{\Phi}{\Phi_0} = \frac{U}{U_0} = \frac{I_t}{I_0} = \frac{I}{I_0} \cdot 100\%$$

Оптическая плотность  $D$  (в спектрофотометре вместо символа  $D$  используется символ  $A$ ), безразмерная величина:

$$D = A = -\lg \tau = -\lg \frac{I}{I_0}$$

Концентрация ( $C$ ):

$$C = D \cdot F$$

Расчет по формуле  $C = C_1 + D \cdot F$  не предусмотрен.

#### 4.4 Описание кнопок и режимов индикации спектрофотометра



Рисунок 2.1 – Общий вид Спектрофотометра УФ-1100.



Рисунок 2.2. Основное меню спектрофотометра УФ-1100



Рисунок 2.3. Джойстик управления

- Кнопка **ВВОД**: служит для подтверждения установленных параметров.
- Пиктограммы главного меню:
  - Режим А** - определение оптической плотности;
  - Режим Т** - определение пропускания Т, %;
  - Конц-ия** - определение концентрации;
  - Козэф-т** - ввод коэффициента
  - Система** – выводит информацию о приборе.
- Кнопка **0A/100%T**: устанавливает 100%Т или 0,000А, когда в отделении для проб находится раствор сравнения.
- Кнопка **НАЗАД**: переводит пользователя в Основное меню.
- Кнопка **ПЕЧАТЬ**: в режимах А Т и С осуществляет отправку на принтер результатов, отображающихся на индикаторе.



Рис. 2.4 Основное меню. Выбор режима работы

Вращая **Джойстик управления** по часовой или против часовой стрелки можно осуществлять переход между режимами в Основном меню. Выбранный режим работы будет обведен рамкой и немного затемнен (рис. 2.4). Подтвердить выбор режима нужно кнопкой **ВВОД**.

#### 4.4.1 Установка длины волны и ввод значений:

Для установки длины волны и ввода значений в спектрофотометре используется Джойстик. Джойстик имеет два режима ввода: «Основной» и «Точный». Например в режиме установки длины волны в режиме «Основной» шаг установки 20 нм, а в режиме «Точный» шаг установки 0,5 нм. Эти режимы предназначены для ускорения ввода значений. Переход между режимами осуществляется нажатием на Джойстик. Переход сопровождается коротким звуковым сигналом.

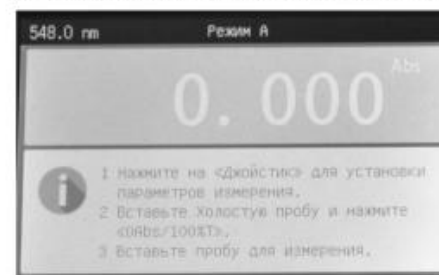


Рис. 2.5 Режим измерения оптической плотности



Рис. 2.6 Установка длины волны

Последовательность действий пользователя в том или ином режиме отражается в виде подсказок. Ввод данных пользователем осуществляется во всплывающем окне. Всплывающие окна так же снабжены системой подсказок.

#### 5. УСЛОВИЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ

- температура окружающего воздуха, от 10 до 35;
- относительная влажность воздуха, %  $65 \pm 15$ ;
- напряжение питающей сети, В  $220 \pm 22$ , при частоте 50 Гц;
- помещение должно быть оборудовано системой защитного заземления (зануления);
- содержание агрессивных газов, паров кислот, щелочей и пыли в воздухе помещения должно быть в пределах санитарных норм, регламентированных действующими правилами;
- в помещении не должно быть оборудования, создающего вибрацию на месте установки спектрофотометра, а также источников электрических и магнитных полей;

#### 6. УКАЗАНИЕ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ

Данный спектрофотометр соответствует ГОСТ Р 51350-99 «Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Общие требования безопасности».

Для обеспечения безопасных условий работы обслуживающего персонала необходимо соблюдать

следующие указания:

•к работе на спектрофотометре допускаются лица, сдавшие экзамен по электробезопасности и знающие устройство и правила работы на спектрофотометре в объёме настоящего руководства по эксплуатации;

•перед началом работы спектрофотометр должен быть заземлен (занулен);

•все монтажные работы и смена лампы должны производиться специалистом на спектрофотометре, отключенном от сети;

•некоторые химические реактивы, используемые в спектрофотометрии, являются едкими и/или легко воспламеняющимися, а пробы могут быть радиоактивными, токсичными, или потенциально заразными. Следует проявлять осторожность при проведении лабораторных процедур, при обращении с этими химическими реактивами.

## 7. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

После распаковки спектрофотометра, проверьте комплектность согласно списку.

Установите спектрофотометр в удобном месте, вне зоны попадания прямых лучей солнца.

Для того чтобы получить наилучшие метрологические характеристики спектрофотометра, держите его как можно дальше от любых магнитных и электрических полей или электроприборов, производящих высокочастотные поля.

## 8. ПОРЯДОК РАБОТЫ

### 8.1 Общие положения при измерениях

•используемые для измерений кюветы, имеющие одинаковую рабочую длину, должны иметь одинаковое пропускание при заполнении одним раствором;

•рабочие поверхности кювет должны перед каждым измерением тщательно протираться спиртоэфирной смесью;

•при установке кювет в кюветодержатель нельзя касаться пальцами рабочих участков поверхностей (ниже уровня жидкости в кювете);

•наличие загрязнений или капель раствора на рабочих поверхностях кюветы приводит к получению неверных результатов измерений;

•жидкость наливается в кюветы примерно на 3/4 высоты кюветы, т.к. в противном случае наблюдается затекание жидкости по углам, что создает впечатление протекания кюветы;

•рекомендуется закрывать кюветы крышками.

### 8.2 Подготовка кювет

#### 8.2.1 Подготовка кюветы с раствором сравнения

Раствор сравнения (холостой раствор, контрольный раствор) - раствор, по отношению к которому производятся измерения.

Промойте кювету дистиллированной водой или растворителем. Наполнив чистую кювету дистиллированной водой или другим растворителем, являющимся раствором сравнения, протрите кювету с наружной стороны салфеткой, чтобы удалить отпечатки пальцев или капельки жидкости.

#### 8.2.2 Подготовка кюветы с исследуемым раствором

Промойте вторую чистую кювету изнутри небольшим количеством исследуемого раствора для анализа. Наполните кювету исследуемым раствором и оботрите ее салфеткой снаружи.

### 8.3 Определение коэффициента пропускания и оптической плотности

1. Включите спектрофотометр нажатием клавиши **(I/O)**, находящейся на задней панели спектрофотометра. Дайте спектрофотометру прогреться 20 минут.

2. Выберите режим работы **«Режим Т»** - определение коэффициента пропускания, вращая **Джойстик управления** до тех пор, пока Пиктограмма главного меню **«Режим Т»** не выделится. После этого нажмите кнопку **«ВВОД»**

3. Убедитесь, что в кюветном отделении отсутствуют установленные образцы. Выберите нужную длину волны, используя **Джойстик управления** (см. п 4.4.1).

4. Установите в ячейки кюветодержателя кювету с раствором сравнения и кюветы с исследуемым раствором. Закройте крышку кюветного отделения.

5. Ручкой для перемещения кюветодержателя подведите в рабочую зону кювету с раствором сравнения. Нажмите кнопку **«0A/100%T»**. Подождите несколько секунд, пока на дисплее не появится значение пропускания  $100 \pm 0,1\%T$  или  $0,000A$  (в зависимости от установленного режима). Если это не так, повторите данный шаг еще раз.

6. Не открывая кюветного отделения, ручкой для перемещения кюветодержателя подведите кювету с исследуемым раствором в рабочую зону. Снимите показания % коэффициента пропускания или оптической плотности, которые можно наблюдать на дисплее.

Кюветное отделение имеет три ячейки, что позволяет одновременно производить измерение одной кюветы с раствором сравнения и до двух кювет с исследуемыми растворами. Если необходимо промерить на той же длине волны еще несколько растворов, то можно извлечь из кюветодержателя измеренную кювету, установить на ее место дополнительную кювету с исследуемым раствором и проводить измерения каждый раз предварительно повторяя п.5.

7. Откройте крышку кюветного отделения и выньте кюветы с пробой и кювету сравнения.

8. Для выхода в основное меню прибора нажмите кнопку **«НАЗАД»**

Если необходимо протестировать ту же пробу, но с другой длиной волны, повторите шаги 3-7 для каждой требуемой длины волны.

Для определения Оптической плотности выполните указанные выше шаги, но вместо шага 2 выбор режима работы **«Mode T»** выберите режим работы **«Mode A»**. Остальные действия идентичны указанным выше шагам 3-8.

### 8.4 Режим коэффициента

Это специальный режим для измерения значений концентрации неизвестных проб, с использованием предварительно определенного коэффициента для пересчета показаний оптической плотности в концентрацию. В спектрофотометр УФ-1100 предусмотрен расчет концентрации с использованием 2-х коэффициентов.

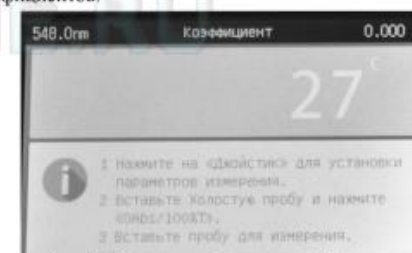


Рис. 3.1 Режим работы с коэффициентом

Первый коэффициент **«К»** это отношение между концентрацией и оптической плотностью. Это отношение можно узнать выполнив измерение оптической плотности образца в режиме **A** (см. выше). Известное значение концентрации образца нужно разделить на получившееся значение оптической плотности, тем самым получаем значение концентрации на единицу оптической плотности.

Второй коэффициент **«В»** - это поправочный коэффициент. Он служит для введения поправки в получившийся результат концентрации. К Получившемуся значению концентрации при измерении добавляется этот коэффициент. Если Вы не хотите использовать этот коэффициент оставляйте его равным 0.

1. Выберите режим **«Режим F»**, используя **Джойстик управления**.
2. Нажмите на Джойстик управления для начала ввода параметров.
3. Установите длину волны (см. п.4.4.1) и нажмите **ВВОД**.
4. Используя **Джойстик управления**, установите на цифровом индикаторе необходимое значение коэффициента. Программное обеспечение спектрофотометра предполагает установку значения коэффициента **K** в диапазоне от 0 до 1999 и нажмите **ВВОД**.
5. Используя **Джойстик управления**, установите на цифровом индикаторе необходимое значение коэффициента **B**. Программное обеспечение спектрофотометра предполагает установку значения коэффициента **B** в диапазоне от -1999 до 1999, и нажмите **ВВОД**.
6. Ручкой для перемещения кюветодержателя подведите в рабочую зону кювету с раствором сравнения. Нажмите кнопку **«0A/100%T»**. Подождите несколько секунд, пока в верхнем правом углу не появится значение 0,000A, и в центре не появится 0° (или 0C+коэффициент B, если он не равен 0). Если это не так, повторите данный шаг еще раз.
7. Установите в кюветодержатель образец с неизвестной концентрацией.
8. Считайте с индикатора показание концентрации пробы.
9. Вставьте кювету, содержащую следующую пробу и снимите показания. Повторяйте, пока не будут измерены все пробы.
10. Для выхода в основное меню прибора нажмите кнопку **«НАЗАД»**

## 8.5 Режим концентрации

Это специальный режим для измерения значений концентрации неизвестных проб, с использованием предварительно определенного оптической плотности у образца с известной концентрацией.

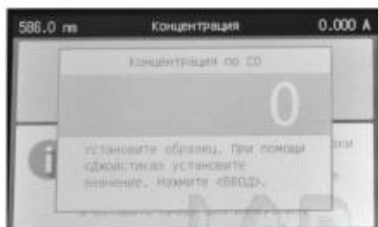


Рис. 4.1 Режим работы «Концентрация»

1. Выберите режим **«Режим С»**, используя **Джойстик управления**.
2. Нажмите на Джойстик управления для начала ввода параметров.
3. Установите длину волны (см. п.4.4.1) и нажмите **ВВОД**.
4. Установите в кюветодержатель пробу с известной Вам концентрацией и переместите этот образец в оптический канал спектрофотометра. Закройте крышку кюветного отделения.
5. Используя **Джойстик управления**, установите на цифровом индикаторе известное Вам значение пробы. Программное обеспечение спектрофотометра предполагает установку значения концентрации **C** в диапазоне от 0 до 1999 и нажмите **ВВОД**.
6. Ручкой для перемещения кюветодержателя подведите в рабочую зону кювету с раствором сравнения. Нажмите кнопку **«0A/100%T»**. Подождите несколько секунд, пока в верхнем правом углу не появится значение 0,000A, и в центре не появится 0°. Если это не так, повторите данный шаг еще раз.
7. Установите в кюветодержатель образец с неизвестной концентрацией.
8. Считайте с индикатора показание концентрации пробы.
9. Вставьте кювету, содержащую следующую пробу и снимите показания. Повторяйте, пока не

будут измерены все пробы.

## 8.6 Вывод и обработка данных

### 8.5.1 Персональный компьютер и программное обеспечение

Возможно подключение спектрофотометра к последовательному порту персонального компьютера для работы со специальным программным обеспечением УФ-1100. Данное программное обеспечение работает под управлением операционных систем Windows 95/98/Me/NT/2000/XP и реализует дополнительный аналитический метод: «Градуировочная кривая».

Аналитические методы, реализуемые с помощью программного обеспечения:

- **Оптическая плотность / Пропускание % / Концентрация:** измерение оптической плотности, пропускания в %, концентрации на одной длине волны из диапазона 315÷1050 нм;
- **Градуировочная кривая:** создание градуировочной кривой (выбор одной из 3-х форм кривой) измерением нескольких стандартных растворов на одной длине волны или ручным вводом коэффициентов градуировочного уравнения для определения концентрации неизвестных образцов; Более подробно программное обеспечение описано в «Руководстве пользователя программного обеспечения УФ-1100».



Обозначения: 1 - Гнездо для подключения сетевого шнура; 2 - Сетевой выключатель; 3 - Разъем для подключения к ПК; 4 — Разъемы для подключения принтера.

## 9. МЕРОПРИЯТИЯ ПЛАНОВОГО ТЕХНИЧЕСКОГО ОБСЛУЖИВАНИЯ

### Замена галогенной лампы

- Выключите спектрофотометр и отсоедините шнур питания от электрической сети.
- Отвинтите 4 винта по бокам прибора. (рис. 6)

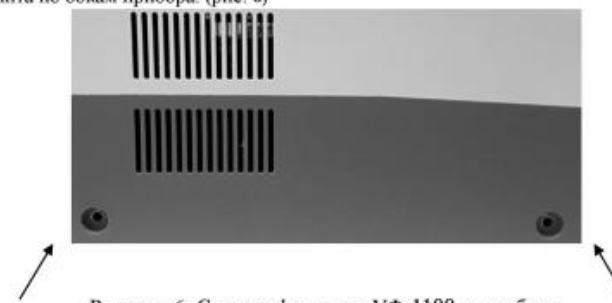


Рисунок 6. Спектрофотометр УФ-1100 вид с боку.

- Отвинтите ручку смены кювет путем ее вращения против часовой стрелки.
- Удалите ручку установки длины волны:
  - используя тонкую отвертку с плоским лезвием, снимите крышку с ручки установки длины волны;
  - используя гасный ключ или муфту, отвинтите гайку на ручке и снимите ручку.
- Аккуратно снимите крышку корпуса спектрофотометра и поместите ее позади прибора.
- **Внимание:** Крышка может быть горячей, работайте в перчатках.



Рисунок 7. Спектрофотометр УФ-1100 - лампа.

- Открутите два винта крепления кронштейна лампы и извлеките узел крепления лампы (Рис. 7). Затем отвинтите два винта крепления прижимной пружины лампы и снимите пружину. Аккуратно отсоедините лампу от керамического основания белого цвета. Вставьте в керамическое основание новую лампу. Привинтите на место прижимную пружину лампы. Установите узел крепления лампы на место и привинтите его к основанию.

**Внимание:**

- Не касайтесь поверхности лампы руками; следует держать лампу, используя салфетку или кусочек ткани.
- Выводы галогенной лампы не имеют полярности.
- Включите спектрофотометр. Установите длину волны 500 нм. Закройте кюветное отделение, оставьте отделение для проб пустым. Убедитесь, что прибор находится в режиме измерения величины пропускания (Т), но не пользуйтесь клавишей **0Abs/100%T**. Перемещайте лампу в разные стороны, добиваясь установления максимального значения Т. Окончательно зафиксируйте винты крепления лампы.
- Выключите прибор, закройте лампу крышкой и закрутите 2 винта ее крепления. Соберите фотометр, следя за тем, чтобы не повредить соединительные кабели.
- Установите на место ручку смены кювет и ручку установки длины волны.

**10. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ**

Проблема	Возможная причина	Решение
Спектрофотометр не включается.	Шнур питания не соединен с сетью.	Подключите спектрофотометр.
	Сгорел внутренний предохранитель или неисправен электрический элемент.	Вызовите квалифицированного инженера.
Спектрофо-	Экранируется пучок света.	Проверьте положение кюветы в кюветном отделении.

тометр не устанавливается на 100%Т (0,000А).	Лампа старая или неисправна.	Замените лампу. Смотрите инструкции по замене лампы в данном руководстве п.9.1.
Т% не устанавливается на 00,0%Т.	Открыто отделение для проб.	Закройте крышку кюветного отделения
	Не блокирован луч света.	Вставьте кювету-заглушку в кюветодержатель, чтобы перекрыть пучок света.
Дрейф нулевой линии и повышенный разброс показаний.	Неточно установлена лампа.	Проверьте установку лампы. Смотрите инструкции в этом руководстве.
	Лампа старая или неисправная.	Замените новой. Читайте инструкции в данном руководстве.
	Неисправный или грязный детектор или неисправный электрический элемент.	Вызовите квалифицированного инженера.
Неверные показания.	Недостаточный объем пробы.	Наполните кювету большим количеством пробы
	Неверно установлена длина волны.	Проверьте процедуру анализа и установки длины волны. Действуйте согласно методикам, описанным в данном руководстве.
	Испаряется приготовленная проба.	Готовьте пробы в стороне от спектрофотометра, используйте вентиляцию. Закрывайте кюветы крышками.
	Пузырьки или частички в растворе.	Проверьте приготовление раствора и процедуру анализа.