



# 陕西省地方计量技术规范

JJF (陕) XX—XXXX

## 微量进样器校准规范

Calibration Specification for Micro-Sampling Syringes

(报批稿)

2019—XX—XX 发布

2019—XX—XX 实施

陕西省市场监督管理局 发布

# 微量进样器校准规范

Calibration Specification of  
Micro-Sampling Syringes

JJF(陕)XX-XXXX

本规范经陕西省市场监督管理局于2019年XX月XX日批准，并自2019年XX月XX日起实施。

归口单位：陕西省市场监督管理局

起草单位：陕西省计量科学研究院

本规范条文由陕西省市场监督管理局负责解释

**本规范主要起草人：**

周秉直（陕西省计量科学研究院）

田晓明（陕西省计量科学研究院）

于红英（陕西省计量科学研究院）

**参加起草人：**

周 方（陕西省计量科学研究院）

周 欢（陕西省计量科学研究院）

臧 鹏（陕西省计量科学研究院）

毕 磊（陕西省计量科学研究院）

# 目 录

引言.....	( II )
1 范围.....	( 1 )
2 引用文件.....	( 1 )
3 术语和计量单位.....	( 1 )
4 概述.....	( 1 )
5 计量特性.....	( 1 )
5.1 外观要求.....	( 1 )
5.2 密封性要求.....	( 2 )
5.3 计量性能要求.....	( 2 )
6 校准条件.....	( 3 )
6.1 环境条件.....	( 3 )
6.2 校准介质.....	( 3 )
6.3 测量前要求.....	( 3 )
6.4 主要设备及辅助设备.....	( 3 )
7 校准项目和校准方法.....	( 3 )
7.1 校准前的检查.....	( 4 )
7.2 容量校准方法.....	( 4 )
7.3 数据处理.....	( 4 )
8 校准结果表达.....	( 5 )
9 复校时间间隔.....	( 5 )
附录 A 校准记录格式.....	( 6 )
附录 B 推荐的校准证书内容.....	( 7 )
附录 C 校准证书的内页格式.....	( 8 )
附录 DK(t)值表.....	( 9 )
附录 E 微量进样器容量值测量结果不确定度评定.....	( 10 )

# 引 言

本规范编制依据了JJG 646-2006《移液器检定规程》、JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、GB 6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》、YY 0088-1992《微量进样器医药行业标准》，本规范对微量进样器进行了术语和计量单位、计量性能的要求，本规范明确了微量进样器的计量特性。

# 微量进样器校准规范

## 1 范围

本规范适用于微量进样器的校准。

## 2 引用文件

JJG 646-2006 移液器检定规程

JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

GB 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

YY 0088-1992 微量进样器医药行业标准

使用本规范时应注意使用上述引用文献现行有效版本。

## 3 术语和计量单位

### 3.1 微量进样器 (micro sampling syringe)

微量进样器是用于吸取定量样品的计量器具，由外套、芯子和连接针等主要部件组成。

### 3.2 计量单位

微量进样器的计量单位为 $\mu\text{L}$ 。

## 4 概述

微量进样器主要用于石油化工、化学（包括农业化学、生物化学）、医疗医药卫生、食品工业、环境保护、冶金地质等部门，用于在实验过程中对液体或气体的取样。

微量进样器为活塞式吸管，利用空气排放原理，通过活塞在套内移动的距离来测量进样器的容量大小。

## 5 计量特性

### 5.1 外观要求

5.1.1 微量进样器外形应正直，表面光滑，无锋棱、刮痕、毛刺、气泡等现象。

5.1.2 限位管端面与容量零线应重合，计量数字的排列从限位管端面开始为“0”。

5.1.3 进样器的分度线应平直，分格均匀，并垂直于外套的外径轴线，量的数值应清晰完整。

5.1.4 微量进样器主体应有下列标记：名称、制造厂或商标、标称容量（ $\mu\text{L}$ ）、型号规格、编号。

## 5.2 密封性要求

微量进样器应当有良好的密封性能，不应滴液、漏液，浸入水中时不得有气泡泛出。

## 5.3 计量性能要求

微量进样器在标准温度20℃时，其容量最大允许误差和测量重复性应符合表1的要求。

表1 微量进样器容量最大允许误差和测量重复性

标称容量/ $\mu\text{L}$	校准点/ $\mu\text{L}$	最大允许误差 $\pm(\%)$	重复性 $\leq(\%)$
0.5	0.1	12.0	6.0
	0.3	6.0	3.0
	0.5	5.0	2.5
1	0.2	7.0	3.5
	0.6	5.0	2.5
	1	4.0	2.0
5	1	4.0	2.0
	3	4.0	2.0
	5	3.0	1.5
10	1	4.0	2.0
	5	3.0	1.5
	10	3.0	1.5
15	5	3.0	1.5
	10	3.0	1.5
	15	4.0	2.0
25	5	3.0	1.5
	15	4.0	2.0
	25	3.0	1.5
50	10	3.0	1.5
	30	3.0	1.5
	50	3.0	1.5
100	20	3.0	1.5
	60	3.0	1.5
	100	3.0	1.5

250	50	3.0	1.5
	150	2.0	1.0
	250	2.0	1.0
500	100	2.0	1.0
	300	2.0	1.0
	500	2.0	1.0
1000	200	2.0	1.0
	600	2.0	1.0
	1000	2.0	1.0

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

## 6 校准条件

### 6.1 环境条件

环境温度：(20±5)℃，室温变化1小时内不得超过1℃。

环境湿度：45%RH~65%RH。

### 6.2 校准介质

校准介质应符合GB6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》要求的蒸馏水或去离子水，并提前24h放入实验室内，使其温度与室温温差不超过±2℃。

6.3 被测微量进样器应在测量前4小时放入实验室内。

6.4 主要设备和辅助设备见表2。

表2 主要设备和辅助设备

——	设备名称	测量范围	技术要求
主要设备	电子天平	(0~22) g	分度值：1μg，重复性：0.01mg 自带蒸发阱
	电子天平	(0~220) g	分度值：0.01mg，重复性：0.1mg 自带蒸发阱
	温度计	(0~50)℃	分度值：0.1℃
辅助设备	读数放大镜、带盖称量杯、秒表等		

## 7 校准项目和校准方法



## 7.1 校准前的检查

7.1.1 外观：用目测、触摸或用放大镜观察被校微量进样器，应符合5.2的要求。

7.1.2 密封性：反复活动微量进样器套管，外套与玻璃芯的滑动性能良好。吸入水 15s 以内不应有液体渗出。

## 7.2 容量校准方法

7.2.1 校准前，将微量进样器提前 4h 放入实验室。

7.2.2 校准时，先检查微量进样器外观，应光滑、平整正直、无毛刺、裂痕，限位端面与零位线重合。拉动芯子，应具有良好的滑动性能。

7.2.3 将针头浸入校准介质中 (3~4) mm，进行润洗 2~3 次，排除气泡，使进样器内壁湿润。

7.2.4 将润湿的进样器针孔堵塞，把芯子从零刻线拉至容量终线，3s 内不得有气泡泛出。

7.2.5 吸液时，均匀拉动芯子，不宜过快，以免吸入空气，拉出针体。

7.2.6 吸校准介质至校准刻度线上方 5mm 处，停止吸液，移出水面。

7.2.7 调整液面，用放大镜观察限位管面与校准刻线是否完全重合。

7.2.8 调整好液面，用吸水滤纸擦拭整个针头，不得用手触碰。

7.2.9 微量进样器容量在：

1)  $1\mu\text{L} < \text{标称容量} \leq 1000\mu\text{L}$  时，将针头深入到电子天平蒸发皿中，快速打入所吸校准介质，针头在称重玻璃管内壁挂靠一下，关闭玻璃门，待稳定后记录数据。

2) 标称容量  $\leq 1\mu\text{L}$  时，将吸入校准介质的微量进样器直接放置在电子天平上，关闭防风罩，待电子天平稳定后，记录下数据。取下微量进样器，将微量进样器内的校准介质打出，将电子天平复零后，再次将微量进样器放置电子天平上，待稳定后，记录数据。

7.2.10 整个校准过程应连续、快速，重复步骤 7.2.6~7.2.9，记录 6 次数据。

7.2.11 校准点应参照表 1 或按客户需求选取。

## 7.3 数据处理

### 7.3.1 实际容积

将按上述方法所测得的质量值、温度值分别带入公式(1)，可求得被测量进样器在标准温度 20℃ 时的实际容量值。

$$V_{20} = m K(t) \quad (1)$$

式中：

$V_{20}$ ——标准温度 20℃ 时的实际容量，mL；

$m$ ——所排出的校准介质的质量，g；

$K(t)$ ——测量温度下的修正系数， $\text{cm}^3/\text{g}$ 。

其中： $K(t) = \frac{\rho_B - \rho_A}{\rho_B(\rho_W - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)]$  (2)

式中：

$\rho_B$ ——砝码密度，取 8.00g/cm<sup>3</sup>；

$\rho_A$ ——校准时实验室内的空气密度，取 0.0012 g/cm<sup>3</sup>；

$\rho_W$ ——校准介质在 t℃时的密度，g/cm<sup>3</sup>；

$\beta$ ——被校进样器的体胀系数，取 4.5×10<sup>-4</sup> /℃；

t——校准时校准介质的温度，℃。

### 7.3.2 容量相对误差

$$E = \frac{\bar{V} - V}{\bar{V}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

E——容量相对误差，%；

V——标准容量，μL；

$\bar{V}$ ——六次测量的算术平均值，μL。

### 7.3.3 容量重复性

$$\sigma_{n-1} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n v_i^2}{n-1}} \quad (4)$$

$$s = \frac{\sigma_{n-1}}{\bar{V}} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

$\sigma_{n-1}$ ——标准偏差，μL；

n——测量次数；

$V_i$ ——单次测量值与被测量的平均值之差，μL；

s——重复性。

## 8 校准结果表达

经校准后的仪器出具校准证书。校准证书内容及内页格式见附录A、附录C。

## 9 复校时间间隔

由于微量进样器复校时间间隔是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定的，因此送检单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔，建议一般不超过1年。

## 附录A

## 微量进样器校准记录格式

记录(证书)编号:

第1页 共1页

委托单位			地址		
被校准 计量器具	名称		型号规格		
	制造厂		出厂编号		
使用的主要计 量标准器具	名称/型号规格/编 号	测量范围	不确定度/准确度等 级/最大允许误差	检定单位/证 书号	有效期至
校准依据			校准地点		
环境条件	温 度:      °C		相对湿度:      %		
校准日期					

校准用介质										
编号	测量点 /μL	水温 / °C	质量值 /g	$K(t)$ 值	$V_{20}/\mu\text{L}$	$V_{\text{平均}}/\mu\text{L}$	相对误差 $E/\%$	重复性 $s/\%$	测量不确定度 $U(k=2)/\mu\text{L}$	

校准员:

核验员:

## 附录B

### 推荐的校准证书内容

校准证书的内容应排列有序，格式清晰，至少应包括以下内容：

- 1.标题：校准证书；
- 2.实验室名称和地址；
- 3.进行校准的地点（如果不在实验室内进行校准）；
- 4.证书或报告编号、页码及总页数；
- 5.送校单位的名称和地址；
- 6.被校准仪器名称；
- 7.被校准仪器的制造商、型号规格及编号；
- 8.校准所使用的计量标准名称及有效期；
- 9.本规范的名称及编号和对本规范的任何偏离、增加或减少的说明；
- 10.校准时的环境情况；
- 11.校准项目的校准结果；
- 12.示值误差校准结果的测量不确定度；
- 13.校准人签名，核验人签名，批准人签名；
- 14.校准证书签发日期；
- 15.复校时间间隔的建议；
- 16.未经校准实验室书面批准，不得部分复制校准证书。

## 附录C

## 微量进样器校准证书（内页格式）

校准用介质：

仪器编号	测量点/ $\mu\text{L}$	实际容量平均值/ $\mu\text{L}$	测量不确定度 $U(k=2)/\mu\text{L}$

## 附录 D

 $K(t)$  值表 $(\beta=0.00045/^{\circ}\text{C})$ 

水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)/(\text{cm}^3 \text{g}^{-1})$	水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)/(\text{cm}^3 \text{g}^{-1})$	水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)/(\text{cm}^3 \text{g}^{-1})$
15.0	1.004213	18.4	1.003261	21.8	1.002436
15.1	1.004183	18.5	1.003235	21.9	1.002414
15.2	1.004153	18.6	1.003209	22.0	1.002391
15.3	1.004123	18.7	1.003184	22.1	1.002369
15.4	1.004094	18.8	1.003158	22.2	1.002347
15.5	1.004064	18.9	1.003132	22.3	1.002325
15.6	1.004035	19.0	1.003107	22.4	1.002303
15.7	1.004006	19.1	1.003082	22.5	1.002281
15.8	1.003977	19.2	1.003056	22.6	1.002259
15.9	1.003948	19.3	1.003031	22.7	1.002238
16.0	1.003919	19.4	1.003006	22.8	1.002216
16.1	1.003890	19.5	1.002981	22.9	1.002195
16.2	1.003862	19.6	1.002956	23.0	1.002173
16.3	1.003833	19.7	1.002931	23.1	1.002152
16.4	1.003805	19.8	1.002907	23.2	1.002131
16.5	1.003777	19.9	1.002882	23.3	1.002110
16.6	1.003749	20.0	1.002858	23.4	1.002089
16.7	1.003721	20.1	1.002834	23.5	1.002068
16.8	1.003693	20.2	1.002809	23.6	1.002047
16.9	1.003665	20.3	1.002785	23.7	1.002026
17.0	1.003637	20.4	1.002761	23.8	1.002006
17.1	1.003610	20.5	1.002737	23.9	1.001985
17.2	1.003582	20.6	1.002714	24.0	1.001965
17.3	1.003555	20.7	1.002690	24.1	1.001945
17.4	1.003528	20.8	1.002666	24.2	1.001924
17.5	1.003501	20.9	1.002643	24.3	1.001904
17.6	1.003474	21.0	1.002619	24.4	1.001884
17.7	1.003447	21.1	1.002596	24.5	1.001864
17.8	1.003420	21.2	1.002573	24.6	1.001845
17.9	1.003393	21.3	1.002550	24.7	1.001825
18.0	1.003367	21.4	1.002527	24.8	1.001805
18.1	1.003340	21.5	1.002504	24.9	1.001786
18.2	1.003314	21.6	1.002481	25.0	1.001766
18.3	1.003288	21.7	1.002459	—	—

## 附录 E

## 微量进样器容量值测量结果不确定度评定

## E.1 概述

E.1.1 测量依据：本校准规范

E.1.2 环境条件：温度（20±5）℃，水温与室温的温差不超过±2℃

E.1.3 测量标准：电子天平

E.1.4 被测对象：微量进样器

E.1.5 测量过程：采用衡量法。通过天平称出被测量器内纯水的质量值，乘以测量温度下的修正系数，即得出 20℃时的实际容量，重复测量 6 次，6 次测量值的算术平均值为被检量器 20℃时的实际容量。

## E.2 数学模型

$$V_{20} = m \cdot K(t)$$

式中：

$V_{20}$ ——标准温度 20℃时的被测微量进样器的实际容量，mL；

$m$ ——被测进样器所排出的蒸馏水的质量，g；

$K(t)$ ——测量温度下的修正系数， $\text{cm}^3/\text{g}$ 。

## E.3 方差及灵敏度系数

$$\text{方差： } u^2(v) = \left(\frac{\partial v}{\partial m}\right)^2 u^2(m) + \left(\frac{\partial v}{\partial K(t)}\right)^2 u^2(K(t))$$

$$\text{灵敏系数： } C_1 = \frac{\partial v}{\partial m} = K(t) \quad C_2 = \frac{\partial v}{\partial K(t)} = m$$

## E.4 输入量的标准不确定度评定

E.4.1 输入量  $m$  的标准不确定度  $u(m)$  的评定

E.4.1.1 电子天平最大允许误差引入的标准不确定度  $u(m_1)$  的评定

以测量 50 $\mu$ L 微量进样器 50 $\mu$ L 点为例。

用最小分度值为 0.01mg 电子天平测量，电子天平在（20~220）g 范围内的最大允许误

差为 $\pm 0.05\text{mg}$ ,按均匀分布,  $k=\sqrt{3}$ ,故标准不确定度分量  $u(m_1)$  为:

$$u(m_1) = \frac{0.00015}{\sqrt{3}} = 0.00009\text{g}$$

测量范围	(1~10) $\mu\text{L}$	(10~10000) $\mu\text{L}$
标准不确定度分量 $u(m_1)$ 按均匀分布 ( $k=\sqrt{3}$ )	0.000009g	0.00009g

E. 4. 1. 2 被测量器内纯水质量值的测量重复性引起的标准不确定度  $u(m_2)$  的评定

在水温  $20.0^\circ\text{C}$  时,测量被测量器内纯水质量值,连续测量 10 次,得到测量列为 0.04837、0.04971、0.04930、0.04958、0.04831、0.04825、0.04930、0.04892、0.04827、0.04862 (单位为 g),则

$$s_m = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (m_i - \bar{m})^2}{n-1}} = 0.00057\text{g}$$

实际测量时,在重复性条件下连续测量 6 次,以 6 次测量值的算术平均值为测量结果,则可得到

$$u(m_2) = \frac{s_m}{\sqrt{6}} = 0.00023\text{g}$$

E. 4. 2 输入量  $k$  的标准不确定度  $u(K(t))$  的评定

$U(K_2(t))$  由两个标准不确定度分项构成,即温度变化引起的标准不确定度  $u(K_1(t))$  和空气密度引起的标准不确定度  $u(K_2(t))$ 。

E. 4. 2. 1 温度变化引起标准不确定度分量  $u(K_1(t))$  的评定

温度变化引起标准不确定度分量采用 B 类方法进行评定。引起温度变化主要有两个因素:

(1) 在测量中,采用  $50^\circ\text{C}/0.1^\circ\text{C}$  的水银温度计,故温度计本身存在  $\pm 0.1$  的误差。

(2) 由于实验室温度分布不均匀,将会造成被测水温的变化,其变化大小与测容量的大小有关,引起  $\pm 0.1^\circ\text{C}$  的变化。综合上述两个因素,合并此两项不确定度,则有

$$u(K_1(t)) = \sqrt{0.1^2 + 0.1^2} = 0.14^\circ\text{C}$$

会有  $\pm 0.14^\circ\text{C}$  的误差,根据公式

$$K(t) = \frac{\rho_B - \rho_A}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)]$$

当温度相差  $0.14^\circ\text{C}$  时,对  $K(t)$  值会有  $0.00003\text{cm}^3/\text{g}$  的误差,属均匀分布,包含因子  $k=\sqrt{3}$ ,



故标准不确定度分量

$$u(K_1(t)) = \frac{0.00003}{\sqrt{3}} = 0.00002 \text{ cm}^3/\text{g}$$

E. 4. 2. 2 空气密度变化引起的标准不确定度分量  $u(K_2(t))$  的评定

空气密度变化引起的标准不确定度采用 B 类方法进行评定。在测量移液器的计算中, 空气密度采用  $0.0012 \text{ g/cm}^3$ , 而恒温室中测量的空气密度通常为  $(0.00117 \sim 0.00123) \text{ g/cm}^3$ 。

由于空气密度变化对  $K_1(t)$  值的影响, 根据公式

$$K(t) = \frac{\rho_B - \rho_A}{\rho_B(\rho_W - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)]$$

得出  $K_1(t)$  值, 其差值为  $0.00006 \text{ cm}^3/\text{g}$ , 属均匀分布, 包含因子  $k = \sqrt{3}$ , 故标准不确定度分量

$$u(K_2(t)) = \frac{0.00006}{\sqrt{3}} = 0.00004 \text{ cm}^3/\text{g}$$

#### E. 5 标准不确定度一览表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度	$C_i$	$ c_i u(x_i)$
$u(m_1)$	电子天平最大允许误差引入的标准不确定度	0.00009g	$K(t)$	0.00009mL
$u(m_2)$	测量重复性引起的标准不确定度	0.00023g		0.00023mL
$u(k_1(t))$	温度变化引起标准不确定度	0.00002 $\text{cm}^3/\text{g}$	m	0.000001mL
$u(k_2(t))$	空气密度变化引起的标准不确定度	0.00004 $\text{cm}^3/\text{g}$		0.000002mL

$$t=20.0^\circ\text{C} \quad K(t)=1.002858 \text{ cm}^3/\text{g} \quad m=0.04886\text{g}$$

#### E. 6 合成标准不确定度

输入量彼此独立不相关, 所以合成标准不确定度可按下式得到

$$u_c(V_{20}) = \sqrt{u^2(m_1) + u^2(m_2) + u^2(K_1(t)) + u^2(K_2(t))} = 0.00025 \text{ mL}$$

#### E. 7 相对扩展不确定度

因主要分量可视为正态分布, 因此  $P=95\%$  时, 可取包含因子  $k=2$

则扩展不确定度  $U=2 \times u_c(V_{20})=0.00050\text{mL}$

相对扩展不确定度为  $U_{rel}=(0.00050/0.05) \times 100\%=1.0\% \quad k=2$

## E.8 结论

50 $\mu$  L 微量进样器 50 $\mu$  L 点处容量测量结果的相对扩展不确定度为： $U_{rel}=1.0\%k=2$ 。