

陕西省地方计量技术规范

《微量进样器校准规范》

编写说明

规范起草组

2018年12月10日

陕西省地方计量技术规范《微量进样器校准规范》

编写说明

一、任务来源

根据《陕西省质量技术监督局关于同意制定微量进样器等地方计量检定规程/校准规范的批复》（陕质量函〔2018〕28号）文件要求，由陕西省计量科学研究院作为主要起草单位制定陕西省地方计量技术规范《微量进样器校准规范》。

二、规程制订的必要性

容量计量分类通常为：大容量、中容量和小容量计量，对微小容量、超微容量计量一般纳入到小容量计量范畴研究。目前，国家还没有颁布关于微量进样器的计量检定规程或校准规范，只是在《JJG700-2016 气相色谱仪检定规程》的附录中，简要提到了微量进样器的校准方法。对于小容量校准，计量检定规程《JJG196-2006 常用玻璃量器》中也没有包含 50 μ L 容量以下的量器，而且该规程并不适用于微量进样器。只有国标 YY0088-1992 对于微量进样器规定了相关的技术要求和简单的检验方法。

随着我国医药、生物化学、农业科技、食品安全、化工等领域的迅速发展，在产品检验检测中，实验室用分析仪器对样品进行微量定性和定量分析越来越广泛，在定性、定量分析过程中，对进样微小容量的量值准确可靠，有越来越高的要求，迫切需要起草相关微小容量计量器具校准规范，建立微小容量计量标准，保证微小容量量值溯源准确可靠。

三、规程起草过程

1. 2018年4月组成规程起草组，并召开了首次起草组会议，就规程包含的内容、主要技术指标等问题进行了讨论，确定规程起草的主导思想和起草原则，提出规程相应条款的实验内容，收集国内外相关文献资料。

2. 2018年5月至2018年6月，调研，汇总技术材料，制定规程的技术指标及拟使用的方法。分配工作并完成试验验证，依据技术文件起草规程初稿。

3. 2018年7月，规程起草组根据首次会议要求，对初稿进行具体讨论，形成了征求意见稿。

4. 2018年8月，以电子邮件形式发出征求意见稿，向相关技术专家及生产、使用单位广泛征求意见并组织讨论。

5. 2018年9月，规程起草组根据讨论会要求，对报审稿进行具体讨论，形成了报审稿。

四、规范制订的主要技术依据

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

JJF 1139-2005 计量器具检定周期确定原则和方法

JJG 646-2006 移液器检定规程

YY 0088-1992 微量进样器医药行业标准

GB 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

五、规范制定的原则

根据微量进样器的特点、用途和校准的目的所制定的地方校准规范，作为校准时依据的技术文件，应尽量做到：

1. 尽可能采用相应、相关的国家规范和国家标准。
2. 适用范围应按照校准实际需要规定，力求完整。例如对微量进样器的生产、使用部门也有一定的指导作用。

六、规范的适用范围

本规范适用于微量进样器的校准。

七、规范的术语和计量单位

引用了医药行业标准 YY0088-1992《微量进样器》的相关内容，给出了《微量进样器校准规范》的规范术语和计量单位。

八、规范的计量特性

本规范主要参考 JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》的相关内容制定，所以本规范依据国家标准并结合我国实际情况规定了微量进样器的计量特性。给出了微量进样器校准的基本参数的要求。

九、规范的技术内容

- 1、《微量进样器校准规范》按照 JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》要

求编写。计量特性包括外观要求、密封性要求和计量性能要求。

2、校准环境温度（20±5）℃，室温变化 1 小时内应控制在校准温度±1℃之内。介质应符合 GB6682-1992《分析实验室用水规格和试验方法》要求。

3、校准微量进样器的主要设备及辅助设备

—————	仪器名称	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) °C	分度值: 0.1°C
辅助设备	读数放大镜、带盖称量杯、秒表等		

4、根据技术要求及计量特性确定校准方法和校准项目。

校准方法的确定参考医药行业 YY0088-1992《微量进样器标准》和 JJG 646-2006《移液器检定规程》，同时部分内容也依据了微量进样器说明书中有关检测方法的要求。

5、误差的计算

(1) 容量相对误差计算

$$E = \frac{v - \bar{v}}{\bar{v}} \times 100\%$$

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。

(2) 容量重复性计算

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

$$s = \frac{\sigma_{n-1}}{\bar{v}} \times 100\%$$

式中：

σ_{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

6. 根据 JJF1139-2005 《计量器具检定周期确定原则和方法》本规范推荐复校时间间隔为 1 年。

7. 根据 JJF1002-2010《国家计量检定规程编写规则》的要求，在附录中对校准证书、校准纪录的书写、内容排序做出了推荐性的格式。根据 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》给出了微量进样器容量值测量结果不确定度的评定报告。