



内蒙古自治区地方计量技术规范

JJF (蒙) 083—2024

微量进样器校准规范

Calibration Specification of Micro Sampling Syringes

2024-06-01 发布

2024-09-01 实施

内蒙古自治区市场监督管理局 发布

微量进样器校准规范

Calibration Specification of
Micro Sampling Syringes

JJF(蒙)083—2024

归口单位：内蒙古自治区市场监督管理局
主要起草单位：内蒙古自治区计量测试研究院
乌兰察布市产品质量计量检验检测中心
参加起草单位：内蒙古自治区质量和标准化研究院

本规范委托内蒙古自治区计量测试研究院负责解释

本规范主要起草人：

陈 嘉（内蒙古自治区计量测试研究院）

王世婕（内蒙古自治区计量测试研究院）

侯志红（乌兰察布市产品质量计量检验检测中心）

参加起草人：

郎海洋（内蒙古自治区计量测试研究院）

吴双峰（内蒙古自治区计量测试研究院）

贺亚茹（内蒙古自治区计量测试研究院）

徐 静（内蒙古自治区质量和标准化研究院）

目 录

引 言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
3.1 术语	(1)
3.2 计量单位	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(2)
6 校准条件	(3)
6.1 环境条件	(3)
6.2 校准介质	(3)
6.3 校准设备	(3)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 校准项目	(3)
7.2 校准方法	(4)
8 校准结果表达	(6)
9 复校时间间隔	(6)
附录 A K(t) 值表	(7)
附录 B 微量进样器校准记录参考格式	(9)
附录 C 微量进样器校准证书内页参考格式	(10)
附录 D 微量进样器示值误差校准结果的不确定度评定示例	(11)

引 言

JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本校准规范制定工作的基础性系列规范。

本规范以 ISO 8655-9: 2022《活塞式容积仪第 9 部分:手动精密实验室注射器》为编制依据,结合 JJG 646《移液器》检定规程、JJG 196《常用玻璃量器》检定规程、GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》、GB/T 12810-2021《实验室玻璃量器的容量校准和使用方法》的相关内容制定。

本规范为首次发布。

微量进样器校准规范

1 范围

本规范适用于(5~1000) μL 微量进样器的校准。

2 引用文件

ISO 8655-9-2022 活塞式容积仪第9部分:手动精密实验室注射器

JJG 646 《移液器》检定规程

JJG 196 《常用玻璃量器》检定规程

GB/T 6682 《分析实验室用水规格和试验方法》

GB/T 12810 《实验室玻璃量器的容量校准和使用方法》

凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本规范;凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本规范。

3 术语和计量单位

3.1 术语

3.1.1 微量进样器 *microsampling syringe*

由针尖、推杆、内芯和外套等主要部件组成的计量器具,该产品用于吸取定量样品并注入色谱分析仪等仪器,对各种物质进行定性定量分析。

3.1.2 无存液微量进样器 *microsampling syringe (non needle dead volume)*

在常温下按常规办法抽取一定量的样品,再将大套管推至零位线后,针尖管内无残留样品的进样器。

3.1.3 有存液微量进样器 *microsampling syringe (needle dead volume)*

在常温下按常规方法抽取一定量的样品,再将内芯推至零位线后,针尖管内存有固定量样品的进样器。

3.1.4 气密性微量进样器 *gastight sampling syringe*

用于抽取易挥发液体样品及气体样品的进样器。

3.2 计量单位

容量单位:微升,符号 μL 。

4 概述

微量进样器(简称进样器)为量出式量器,通常由不锈钢和玻璃制成,具有较高的机械强度和耐腐蚀性,主要作用是将微量样品精确地加入到试验系统中,对样品量进行精

准确控制和定量分析。按其结构可分为无存液进样器、有存液进样器和气密性进样器，针尖可做成刃口、平口、圆口等型式。微量进样器利用容积替代原理进行工作，由外套和一个配合良好的内芯在进样器外套内移动的距离来确定。

微量进样器的结构参见图 1

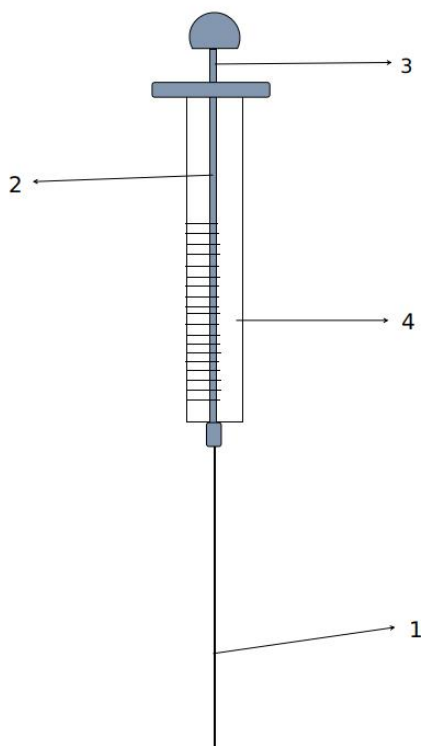


图 1：微量进样器结构示意图

1—针尖；2—推杆；3—内芯；4—外套

5 计量特性

微量进样器的主要技术指标见表 1。

表 1 微量进样器主要技术指标

标称容量 (μL)	容量允许误差 / %	重复性 / %
5	± 8.0	4.0
10	± 8.0	4.0
20	± 4.0	2.0
25	± 4.0	2.0

50	±3.0	1.5
100	±2.0	1.0
125	±2.0	1.0
250	±1.5	1.0
500	±1.0	0.5
1000	±1.0	0.5

注：以上指标不用于符合性判定，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

校准实验室的温度为 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ ，室温变化不得大于 1°C/h ；
水温与室温之差不得大于 2°C 。

6.2 校准介质

校准介质为蒸馏水或去离子水，介质应符合 GB/T 6682 三级及以上的要求，并提前 24h 放入实验室内。被校微量进样器应在校准前 8h 放入实验室内。

6.3 校准设备

校准设备见表 3。

表 3 校准设备

仪器名称	适用范围	分度值[d]	准确度等级	备注
电子天平	适用容量范围： $5\mu\text{L} \leq V \leq 20\mu\text{L}$	0.001mg	①级	
电子天平	适用容量范围： $20\mu\text{L} < V \leq 1000\mu\text{L}$	0.01mg/0.001mg	①级	
温度计	$(0 \sim 30)^\circ\text{C}$	0.1°C	$U \leq 0.04^\circ\text{C}$	用于测量水温
辅助设备	—	—		滤纸、放大镜、 防蒸发装置、 带盖称量杯等

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

校准项目见表 4。

表 4 校准项目

序号	校准项目
1	容量示值误差
2	重复性

7.2 校准方法

7.2.1 校准前准备

7.2.1.1 微量进样器上应有制造厂名称或商标、标称容量、型号规格。

7.2.1.2 微量进样器的外形应平整、光滑无锋棱、毛刺和裂痕。刃口式针尖的刃口应锋利，不得有毛刺和倒刺。外套磨砂面不得有磨破气线和明显的砂划痕。

7.2.1.3 微量进样器的外套和内芯配合应密合，应有良好的滑动性能，针尖部位胶合处不得有渗液现象。气密性微量进样器应有良好的密封性能。

7.2.1.3 用玻璃容器准备等温 24h 的蒸馏水或去离子水。

7.2.2 容量示值误差及重复性

7.2.2.1 被校微量进样器完成几次吸液、排液过程。

7.2.2.2 将称量杯放到电子天平称量盘上，待电子天平显示稳定，按下操作键使天平清零。

7.2.2.3 垂直握住微量进样器，把针尖浸入蒸馏水或去离子水液面（2~3）mm 左右，吸液至被测点以上 5mm 左右，离开液面；观察调整液面至校准点，用滤纸将针尖外面的水擦掉。

7.2.2.4 从天平称量盘上取出称量杯，将排液口轻靠在称量杯内壁并与其成 30° 夹角，匀速、缓慢将水注入称量杯内。

7.2.2.5 将称量杯放到天平称量盘上，记录此时天平显示出的数值，同时测量并记录此时水温。

7.2.2.6 重复以上步骤 6 次，完成一个校准点校准。

7.2.3 数据处理

7.2.3.1 微量进样器实际容量计算

将执行 7.2.2.2 ~ 7.2.2.5 所测的质量值，温度值和空气密度值分别代入公式（1），即可求得被校微量进样器在标准温度 20℃ 时的实际容量值。

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

式中：

V_{20} ——为标准温度 20℃ 时的微量进样器的实际容量， μL ；

m ——被校微量进样器的蒸馏水或去离子水的表观质量， g ；

ρ_R ——砝码密度，取 8.00g/cm^3 ；
 ρ_A ——校准时实验室内的空气密度，取 0.0011g/cm^3 ；
 ρ_W ——蒸馏水或去离子水在 $t^\circ\text{C}$ 时的密度， g/cm^3 ；
 β ——被校微量进样器的体积膨胀系数，取 $9.9 \times 10^{-6}^\circ\text{C}^{-1}$ ；
 t ——校准时蒸馏水或去离子水的温度， $^\circ\text{C}$ ；
 为了简便计算过程，也可将公式（1）化为下列形式

$$V_{20} = m \times K(t) \quad (2)$$

其中：

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

$K(t)$ 值列于附录 A 中。这样根据测定值 m 和校准时蒸馏水或去离子水的温度所对应的 $K(t)$ 值，即可求出被校微量进样器在标准温度 20°C 时的实际容量值。

7.2.3.2 微量进样器的容量相对示值误差计算

$$\bar{V} = \frac{1}{n} \times \sum_{i=1}^n V_i \quad (3)$$

$$E = \frac{V - \bar{V}}{\bar{V}} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

V ——标称容量， μL ；
 \bar{V} ——多次测量的算术平均值， μL ；
 V_i ——单次测量对应的容量值， μL ；
 E ——容量相对示值误差。

7.2.3.2 微量进样器的容量重复性计算

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n-1}} \quad (6)$$

$$S = \frac{S_r}{\bar{V}} \times 100\% \quad (7)$$

式中：

S_r ——标准偏差；
 n ——校准次数；

- V_i ——单次测量对应的容量值， μL ；
 \bar{V} ——多次测量的算术平均值， μL ；
 S ——重复性。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点；
- d) 校准证书编号、页码及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校仪器的制造单位、名称、型号及编号；
- g) 校准单位校准专用章；
- h) 校准日期；
- i) 校准所依据的技术规范名称及代号；
- j) 本次校准所用测量设备名称、型号、准确度等级或不确定度或最大允许误差、仪器编号、证书编号及有效期；
- k) 校准时的环境温度、相对湿度；
- l) 校准结果及其测量不确定度；
- m) 对校准规范偏离的说明（若有）；
- n) “校准证书”的校准人、核验人、批准人签名及签发日期；
- o) 校准结果仅对被校仪器本次测量有效的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

$K(t)$ 值见附录 A，校准原始记录格式见附录 B，校准证书（报告）内页格式见附录 C，不确定度评定示例见附录 D。

9 复校时间间隔

微量进样器的复校时间间隔建议为1年。由于复校时间间隔的长短是由微量进样器的使用情况、使用者、微量进样器本身质量等诸因素所决定的，送检单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。当微量进样器更换重要部件后、维修后或对微量进样器性能有怀疑时，应及时校准。

附录 A

 $K(t)$ 值表(空气密度 0.0011g/cm^3 $\beta=9.9 \times 10^{-6}/\text{C}$)

水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)$ (cm^3/g)	水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)$ (cm^3/g)	水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)$ (cm^3/g)
15.0	1.001916	18.4	1.002464	21.8	1.003140
15.1	1.001930	18.5	1.002482	21.9	1.003161
15.2	1.001945	18.6	1.002500	22.0	1.003183
15.3	1.001959	18.7	1.002519	22.1	1.003205
15.4	1.001974	18.8	1.002537	22.2	1.003227
15.5	1.001988	18.9	1.002556	22.3	1.003249
15.6	1.002003	19.0	1.002574	22.4	1.003272
15.7	1.002018	19.1	1.002593	22.5	1.003294
15.8	1.002033	19.2	1.002612	22.6	1.003316
15.9	1.002048	19.3	1.002631	22.7	1.003339
16.0	1.002064	19.4	1.002650	22.8	1.003361
16.1	1.002079	19.5	1.002669	22.9	1.003384
16.2	1.002094	19.6	1.002688	23.0	1.003407
16.3	1.002110	19.7	1.002708	23.1	1.003430
16.4	1.002126	19.8	1.002727	23.2	1.003453
16.5	1.002142	19.9	1.002747	23.3	1.003476
16.6	1.002158	20.0	1.002767	23.4	1.003499
16.7	1.002174	20.1	1.002787	23.5	1.003523
16.8	1.002190	20.2	1.002806	23.6	1.003546
16.9	1.002206	20.3	1.002827	23.7	1.003570
17.0	1.002223	20.4	1.002847	23.8	1.003593
17.1	1.002239	20.5	1.002867	23.9	1.003617
17.2	1.002256	20.6	1.002887	24.0	1.003641
17.3	1.002272	20.7	1.002908	24.1	1.003665
17.4	1.002289	20.8	1.002928	24.2	1.003689
17.5	1.002306	20.9	1.002949	24.3	1.003713
17.6	1.002323	21.0	1.002970	24.4	1.003737
17.7	1.002341	21.1	1.002991	24.5	1.003762
17.8	1.002358	21.2	1.003012	24.6	1.003786
17.9	1.002375	21.3	1.003033	24.7	1.003811
18.0	1.002393	21.4	1.003054	24.8	1.003835
18.1	1.002411	21.5	1.003075	24.9	1.003860

JJF(蒙)083-2024

18.2	1.002428	21.6	1.003097	25.0	1.003885
18.3	1.002446	21.7	1.003118	—	—

附录 B

微量进样器校准记录参考格式

记录编号:

计量标准器	型号/规格	出厂编号	测量范围	准确度等级	证书编号	有效期至			
委托方				制造单位					
地 址				校准依据					
仪器名称				温 度					
型号/规格				湿 度					
出厂编号				校准地点					
校准项目									
1、外观检查									
2、容量示值误差与重复性									
序号	校准点 (μL)	水温 ($^{\circ}\text{C}$)	质量值 (g)	$K(t)$ 值	实际容量 (μL)	平均容量值 (μL)	容量示 值误差 (%)	重复性 (%)	扩展不确定度 $U(\mu\text{L})(k=2)$
1									
2									
3									
4									
5									
6									
1									
2									
3									
4									
5									
6									
校 准 员				核 验 员				校 准 日 期	

附录 C

微量进样器校准证书内页参考格式

校准证书第 3 页

证书编号: × × × × - × × × ×

校准结果

校准点(μL)	实际容量(μL)	容量示值误差 (%)	扩展不确定度(μL), $k=2$

以下空白

附录 D

微量进样器容量校准结果的不确定度评定示例

D.1 概述

D.1.1 环境条件：温度（ 20 ± 5 ）℃，且室温变化不得大于 1℃/h。

D.1.2 测量标准：电子天平 Max=20g, d=0.001mg/Max=200g, d=0.01mg。

D.1.3 测量方法：本次评定实验中，选用 10 μL 和 100 μL 定量微量进样器作为测量仪器，通过电子天平称量出被测量器内蒸馏水或去离子水的质量，乘以测量温度下的修正值，即得到 20℃时的实际容量。重复测量 10 次，10 次测量值的算术平均值即为被测量器 20℃时的实际容量。

D.2 数学模型： $V = m \cdot b$

式中： V ：被测量器 20℃时的实际容量。

m ：被测量器内纯水的质量值。

b ：测量温度下的修正值。

由数学模型得出灵敏系数 $c_1 = \frac{\partial V}{\partial m} = b$ ， $c_2 = \frac{\partial V}{\partial b} = m$

D.3 输入量的标准不确定度评定

D.3.1 不确定度来源：（1）输入量 m 引入的不确定度 $u(m)$ ：电子天平引入的不确定度 $u(m_1)$ ；多次重复测量引入的不确定度 $u(m_2)$ 。（2）输入量 b 引入的不确定度 $u(b)$ 。

D.4 输入量 m 引入的标准不确定度 $u(m)$ 的计算

D.4.1 以测量微量进样器 10μL 为例。

D.4.1.1 电子天平引入的标准不确定度分项 $u(m_1)$ ：采用 B 类方法进行评定。

10μL 微量进样器采用 Max=20g, d=0.001mg 电子天平。此电子天平最大允许误差为 $\pm 0.005\text{mg}$ ，属于均匀分布，包含因子 $k = \sqrt{3}$ ，故标准不确定度

$$u(m_1) = 0.005\text{mg} / \sqrt{3} = 2.9 \times 10^{-6}\text{g}。$$

D.4.1.2 被测量器纯水质量值的测量不重复引入的标准不确定度分项 $u(m_2)$ ：采用 A 类方法评定。

以测量 10μL 微量进样器为例，本实验在水温 19.0℃下测量，通过连续测量 10 次，得到测量列，单位（g）

0.01011, 0.00995, 0.01025, 0.01001, 0.01006, 0.01027, 0.01033, 0.01000, 0.01001, 0.01003

$$\bar{m} = 0.01010g$$

$$\text{单次实验标准差 } s = \sqrt{\sum_{i=1}^{10} (m_i - \bar{m})^2 / (10 - 1)} = 0.00013g$$

$$u(m_2) = s = 0.00013g$$

D.4.1.3 输入量 m 引入的标准不确定度 $u(m)$ 的计算

对于 $10\mu\text{L}$ 微量进样器, 有

$$u(m) = \sqrt{u^2(m_1) + u^2(m_2)} = \sqrt{(2.9 \times 10^{-6})^2 + (0.00013)^2} = 0.00013g$$

D.4.1.4 输入量 b 引入的标准不确定度 $u(b)$ 的评定

b 为测量温度下的修正值, 是查微量进样器规程中衡量法表而得, 在水温 19.0°C 下, $b = 1.003107 \text{ cm}^3/\text{g}$, b 引入的误差为 $5 \times 10^{-6} \text{ mL/g}$,

$$\text{服从均匀分布, 包含因子 } k = \sqrt{3}, u(b) = 0.000005 / \sqrt{3} = 2.9 \times 10^{-6} \text{ cm}^3/\text{g}$$

由于输入量 b 引入的不确定度远小于其他分量引入的不确定度, 故忽略不计。

D.4.1.5 合成标准不确定度

$$u_c(V) = c_1 u(m) = b u(m) = 1.003107 \text{ cm}^3/\text{g} \times 2.9 \times 10^{-6} \text{ g} = 2.9 \times 10^{-6} \text{ mL}$$

D.4.1.6 扩展不确定度的评定

取包含因子 $k = 2$, 在标准温度 20°C 的实际容量测量值的扩展不确定度为:

对于 $10\mu\text{L}$ 微量进样器测量点

$$U = k \cdot u_c(V) = 2 \times 0.00013 = 0.00026 \text{ mL} = 0.26 \mu\text{L}, k = 2$$

D.4.2 以测量微量进样器 $100\mu\text{L}$ 为例。

D.4.2.1 电子天平引入的标准不确定度分项 $u(m_1)$: 采用 B 类方法进行评定。

$100\mu\text{L}$ 微量进样器采用 $\text{Max} = 220\text{g}$, $d = 0.01\text{mg}$ 电子天平。此电子天平最大允许误差为 $\pm 0.15\text{mg}$, 属于均匀分布, 包含因子 $k = \sqrt{3}$, 故标准不确定度

$$u(m_1) = 0.15\text{mg} / \sqrt{3} = 8.7 \times 10^{-5} \text{ g}。$$

D.4.2.2 被测量器纯水质量值的测量不重复引入的标准不确定度分项 $u(m_2)$: 采用 A 类方法评定。

以测量 $100\mu\text{L}$ 微量进样器为例, 本实验在水温 19.0°C 下测量, 通过连续测量 10 次, 得到测量列, 单位 (g)

0.10014, 0.10023, 0.10002, 0.10071, 0.10013, 0.10105, 0.10052, 0.10039, 0.10008, 0.10065

$$\bar{m} = 0.10039g$$

$$\text{单次实验标准差} \quad s = \sqrt{\sum_{i=1}^{10} (m_i - \bar{m})^2 / (10 - 1)} = 0.00032g$$

$$u(m_2) = s = 0.00032g$$

D.4.2.3 输入量 m 引入的标准不确定度 $u(m)$ 的计算

对于 $100\mu\text{L}$ 微量进样器, 有

$$u(m) = \sqrt{u^2(m_1) + u^2(m_2)} = \sqrt{(8.7 \times 10^{-5})^2 + (0.00032)^2} = 0.00033g$$

D.4.2.4 输入量 b 引入的标准不确定度 $u(b)$ 的评定

b 为测量温度下的修正值, 是查微量进样器规程中衡量法表而得, 在水温 19.0°C 下, $b = 1.003107 \text{ cm}^3/\text{g}$, b 引入的误差为 $5 \times 10^{-6} \text{ mL/g}$,

服从均匀分布, 包含因子 $k = \sqrt{3}$, $u(b) = 0.000005 / \sqrt{3} = 2.9 \times 10^{-6} \text{ cm}^3/\text{g}$

由于输入量 b 引入的不确定度远小于其他分量引入的不确定度, 故忽略不计。

D.4.2.5 合成标准不确定度

$$u_c(V) = c_1 u(m) = b u(m) = 1.003107 \text{ cm}^3/\text{g} \times 8.5 \times 10^{-5} \text{ g} = 8.5 \times 10^{-5} \text{ mL}$$

D.4.2.6 扩展不确定度的评定

取包含因子 $k = 2$, 在标准温度 20°C 的实际容量测量值的扩展不确定度为:

对于 $100\mu\text{L}$ 微量进样器测量点

$$U = k \cdot u_c(V) = 2 \times 0.00033 = 0.00066 \text{ mL} = 0.66 \mu\text{L}, k = 2$$