



新疆维吾尔自治区地方计量技术规范

JJF（新）14—2018

瓶口分液器校准规范

Calibration Specification for Eppendorf Varispenser

2018-11-02 发布

2019-01-15 实施

新疆维吾尔自治区质量技术监督局 发布

瓶口分液器校准规范

Calibration Specification for
Eppendorf Varispenser

JJF(新) 14—2018

归口单位：新疆维吾尔自治区质量技术监督局

起草单位：新疆维吾尔自治区计量测试研究院

本规范由新疆维吾尔自治区质量技术监督局负责解释

本规范主要起草人：

郭 锐（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

蔡 勤（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

参加起草人：

洪 潮（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

潘 英（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

邸 翔（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

目 录

引 言.....	II
1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 术语.....	1
4 概述.....	1
5 计量特性.....	2
5.1 容量校准值.....	2
5.2 测量重复性.....	2
6 校准条件.....	2
6.1 环境条件.....	2
6.2 校准介质.....	2
6.3 测量标准及其他设备.....	2
7 校准项目和校准方法.....	2
7.1 外观及工作正常性检查.....	2
7.2 容量校准值与重复性.....	3
8 校准结果.....	4
8.1 校准记录.....	4
8.2 校准证书.....	4
9 复校时间间隔.....	5
附录 A 瓶口分液器校准原始记录格式.....	6
附录 B 校准证书的内容.....	7
附录 C $K(t)$ 值表.....	9
附录 D 瓶口分液器容量测量不确定度评定.....	10

引 言

JJF1001—2011《通用计量术语及定义》、JJF1071—2010《国家计量校准规范编写规则》和 JJF1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》共同构成本规范制订的基础性系列规范。

本规范在参考了 JJG646—2006《移液器检定规程》、GB6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》等文件的基础上，结合国内瓶口分液器的质量控制现状制订。本规范为首次发布。

瓶口分液器校准规范

1 范围

本规范适用于（0～100）mL 瓶口分液器的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG646-2006 移液器

GB6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

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（包括所用的修改单）适用于本规范。

3 术语

3.1 瓶口分液器 Eppendorf Varispenser

具有一定量程范围，可将液体从容器内吸出，移入另一容器内的计量器具。计量单位为 mL。

3.2 广口瓶 wild-mouth bottle

在瓶口分液器本体下部，用于盛装液体介质。

3.3 进液管 Filling tube

用于吸取液体介质部件。

3.4 显示窗 display window

在瓶口分液器上显示容量量值的窗口。

3.5 容量调节器 volume controller

调整容量数码器的旋钮

4 概述

瓶口分液器主要用于环保、医药、食品卫生等科研部门，在生化分析及化验中做液体的定量连续取样或加液用。瓶口分液器是一种活塞式吸管，利用空气排放原理进行工作，以活塞在活塞套内移动的距离确定瓶口分液器的吸液量。

瓶口分液器为量出式量器，其结构由广口瓶体、吸液部件、容量调节部件、排液

嘴等部分组成。

5 计量特性

5.1 容量校准值

5.2 测量重复性

6 校准条件

6.1 环境条件

环境温度: $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$, 且室温变化不大于 $1 ^\circ\text{C}/\text{h}$;

相对湿度: 40%~70%, 且变化不大于 10%/h;

供电电源: $(220 \pm 22) \text{ V}$, $(50 \pm 1) \text{ Hz}$ 。

6.2 校准介质

校准用水应符合 GB6682-2008《分析实验用水规格和试验方法》要求的蒸馏水或去离子水。

6.3 测量标准及其他设备

6.3.1 电子天平: 测量范围 $(0 \sim 500) \text{ g}$, 分度值 1 mg 。

6.3.2 温度计: 测量范围 $(0 \sim 30) ^\circ\text{C}$, 分度值 $0.1 ^\circ\text{C}$ 。

6.3.3 称量杯。

7 校准项目和校准方法

7.1 外观及工作正常性检查

7.1.1 外观检查

目视检查瓶口分液器的外观及附件, 其主体应有下列标记: 制造厂或商标、容量单位 (mL)、型号规格、出厂编号等, 塑料件外壳表面应完整、光滑, 不得有明显的缩痕、裂纹、气泡和变形等现象, 广口瓶体无破损, 吸液嘴无明显的弯曲, 内壁光洁、平滑。

7.1.2 工作正常性检查

- a) 开关能起到锁闭吸液功能, 以防止误操作导致液体外泄。
- b) 瓶口分液器的显示窗在容量调节动作时, 应转动灵活, 数字指示清晰、完整。
- c) 吸液嘴排液后无残留液体存在。

7.1.3 校准前的准备

校准前应保证瓶口分液器的密封性, 在完成几次吸液、排液过程中应没有气泡排出现象。校准用水应提前 24 h 放入实验室室内, 其温度与室温相差不得大于 2 ℃。被校瓶口分液器应在校准前 4 h 放入实验室内。

7.2 容量校准值与重复性

7.2.1 将称量杯放入电子天平中, 待天平显示稳定后, 电子天平清零。

7.2.2 将瓶口分液器的容量调至被校准点, 打开分液器开关, 至少连续三次抽提分液器主体部分, 将纯水吸入主体容器部分, 再根据所调节的容量排出液体, 至少三次, 确保所排液体里不含有气泡。

7.2.3 倾斜 45° 握住称量杯, 吸液嘴贴着称量杯, 按动排液按钮将所取的纯水顺着称量杯壁缓缓流入称量杯。

7.2.4 将称量杯放到天平上并关闭防风罩, 待天平显示值稳定后读取称量结果。

7.2.5 每一个校准点按照 7.2.1~7.2.4 所述的步骤重复测量六次。

7.2.6 校准点一般取为分液器量程的 10%、50% 和 100% 点, 也可以根据客户要求选择校准点。

按照式 (1) 计算每次测量的容量校准值:

$$V_{20i} = \frac{M(\rho_B - \rho_a)}{\rho_B(\rho_w - \rho_a)} [1 + \beta(20 - t)] \quad (1)$$

式中:

V_{20i} — 第 i 次测量的 20 ℃ 时瓶口分液器的实际容量, mL;

M — 被校瓶口分液器所容纳水的表观质量, g;

ρ_B — 标准砝码材料密度, g/cm³;

ρ_a — 天平室内的空气密度, g/cm³;

ρ_w — t ℃ 时的水密度, g/cm³;

β —被校瓶口分液器的体胀系数, $^{\circ}\text{C}^{-1}$;

t —校准时水的温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

若引入校准时纯水温度所对应的常数 $K(t)$, 则也可以按照式 (2) 计算每次测量的容量值:

$$V_{20i} = M \cdot K(t) \quad (2)$$

式中:

$$K(t) = \frac{(\rho_B - \rho_a)}{\rho_B(\rho_w - \rho_a)} [1 + \beta(20 - t)], \text{ g/cm}^3, \text{ 其值见附录 C。}$$

取六次测量的算术平均值作为每个校准点的容量校准值, 即:

$$\bar{V}_{20} = \frac{1}{6} \sum_{i=1}^6 V_{20i}$$

式中:

$\bar{V}_{20}$ —被校瓶口分液器 6 次容量校准值的平均值, mL。

测量重复性按照式 (3) 进行计算:

$$s_r = \frac{1}{\bar{V}_{20}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (V_{20i} - \bar{V}_{20})^2}{5}} \times 100\% \quad (3)$$

8 校准结果

8.1 校准记录

校准记录应尽可能详尽地记载测量数据和计算结果, 记录格式见附录 A。

8.2 校准证书

校准证书由封面和校准数据组成, 经校准的仪器应出具校准证书, 校准证书应包括的信息及推荐的校准证书内页格式见附录 B。

当客户要求时, 可以根据计量特性进行符合性判定, 并将结论列入校准证书。进行符合性判定时应考虑测量不确定度。

9 复校时间间隔

瓶口分液器的复校时间间隔，建议不超过 1 年。如果仪器经维修、更换重要部件或对仪器性能有怀疑时，应随时校准。

附录 A

瓶口分液器校准原始记录格式

第 页 共 页

送校单位: _____

校准(安装)地点: _____ 生产厂家: _____

型号/规格: _____ 出厂编号: _____

主要测量设备: _____ 测量范围: _____

编 号: _____ 最大允差/准确度等级/不确定度: _____

证书编号: _____ 有效期至: _____

校准技术依据: _____

记录编号: _____ 校准日期: _____ 年 _____ 月 _____ 日

环境温度: _____ °C 湿度: _____ %RH 校准员: _____ 核验员: _____

一、外观及工作正常性检查: ☐ 正常 ☐ 不正常

二、容量校准值与重复性:

校准点 与水温	次 数	质量值/g	$K(t)$ 值/ (cm ³ /g)	V_{20} 时实际容积 /mL	平均值/mL	重复性/%	不确定度 U /mL ($k=2$)
	1						
	2						
	3						
	4						
	5						
	6						
	1						
	2						
	3						
	4						
	5						
	6						

附录 B**校准证书的内容**

B.1 校准证书至少包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果不在实验室内进行校准）；
- d) 校准证书编号，页码及总页数的标识；
- e) 校准单位校准专用章；
- f) 送校单位的名称和地址；
- g) 被校仪器的描述和明确标识：仪器的制造单位、名称、型号及出厂编号；
- h) 校准日期；
- i) 校准所依据的技术规范的名称及代号；
- j) 本次校准所用的主要计量标准器具（包括标准物质）的名称、测量范围、不确定度或准确度等级或最大允许误差、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的说明；
- m) 校准人与核验人的签名；
- n) 校准证书批准人的签名与职务；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

B.2 校准证书（内页）格式

一、外观及工作正常性检查：

二、容量校准值与重复性：

编号	测量范围	校准点	校准值 V_{20}	重复性	不确定度 U ($k=2$)

附录 C

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

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	1.004213	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	1.002404	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 D

瓶口分液器容量测量不确定度评定

D.1 概述

D.1.1 测量依据：JJF(新) 14—2018《瓶口分液器校准规范》。

D.1.2 环境条件：实验室温度(20±5)℃；室内温度变化不得大于1℃/h；水温与室温之差不应超过±2℃。

D.1.3 测量标准：电子天平，最大称量200 g，分度值0.1 mg。

D.1.4 被测对象：瓶口分液器，测量范围为(5ml~50ml)。

D.1.5 测量方法：将瓶口分液器的容量调至校准点，吸液后再将按钮完全按下使液流入称量杯中，在天平上称得纯水的质量，并测得纯水的温度，按衡量法计算公式计算出被检瓶口分液器在标准温度20.0℃时的实际容量。

D.1.6 评定结果的使用：在符合上述条件的情况下，一般可直接使用本不确定度评定结果。

D.2 测量模型

D.2.1 测量模型

$$V_{20} = \frac{M(\rho_B - \rho_a)}{\rho_B(\rho_w - \rho_a)} [1 + \beta(20 - t)] \quad (1)$$

式中：

V_{20} —20℃时瓶口分液器的实际容量，mL；

M —被校瓶口分液器所容纳水的表观质量，g；

ρ_B —标准砝码材料密度，g/cm³；

ρ_a —天平室内的空气密度，g/cm³；

ρ_w — t ℃时的水密度，g/cm³；

β —被校瓶口分液器的体胀系数，℃⁻¹；

t —校准时水的温度，℃。

D.2.2 灵敏系数

取: $M=4.948\text{g}$; $\rho_B=7.85\text{ g/cm}^3$; $\rho_a=0.0012\text{ g/cm}^3$; $\beta=4.5\times 10^{-4}/^\circ\text{C}$;

$$\rho_w=0.9982417\text{ g/cm}^3; t=19.8^\circ\text{C}$$

得:

$$c_1 = \frac{\partial V_{20}}{\partial M} = \frac{(\rho_B - \rho_a)}{\rho_B(\rho_w - \rho_a)} [1 + \beta(20 - t)] = 1.003\text{cm}^3/\text{g}$$

$$c_2 = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_B} = \frac{M \rho_a}{\rho_B^2(\rho_w - \rho_a)} [1 + \beta(20 - t)] = 1.63 \times 10^{-6}\text{cm}^6/\text{g}$$

$$c_3 = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_a} = \frac{M(\rho_B - \rho_w)}{\rho_B(\rho_w - \rho_a)^2} [1 + \beta(20 - t)] = 8.78 \times 10^{-5}\text{cm}^6/\text{g}$$

$$c_4 = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_w} = \frac{M(\rho_B - \rho_a)}{\rho_B(\rho_w - \rho_a)^2} [1 + \beta(20 - t)] = 1.01 \times 10^{-4}\text{cm}^6/\text{g}$$

$$c_5 = \frac{\partial V_{20}}{\partial \beta} = \frac{M(\rho_B - \rho_a)}{\rho_B(\rho_w - \rho_a)} (20 - t) = 2.01 \times 10^{-5}\text{cm}^3 \cdot ^\circ\text{C}$$

$$c_6 = \frac{\partial V_{20}}{\partial t} = -\frac{M(\rho_B - \rho_a)}{\rho_B(\rho_w - \rho_a)} \cdot \beta = 4.51 \times 10^{-8}\text{cm}^3 \cdot ^\circ\text{C}^{-1} \cdot 2.3$$

D.2.3 传播律公式

因各个输入量之间彼此独立不相关, 所以合成标准不确定度为:

$$u_c(V_{20}) = \sqrt{c_1^2 u^2(M) + c_2^2 u^2(\rho_B) + c_3^2 u^2(\rho_a) + c_4^2 u^2(\rho_w) + c_5^2 u^2(\beta) + c_6^2 u^2(t)}$$

D.3 全部输入量的标准不确定度评定

D.3.1 水质量称量引入的标准不确定度 $u(M)$ 的评定

$u(M)$ 的来源包括由称量重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(M)$ 与电子天平示值误差引入的标准不确定度分量 $u_2(M)$ 。

D.3.1.1 由称量重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(M)$ 的评定

对 5ml 容量在重复性条件下重复测量 10 次, 得到如下观测值 (单位: g): 4.948, 4.946, 4.955, 4.943, 4.952, 4.957, 4.940, 4.944, 4.951, 4.952。其实验标准偏差按照贝塞尔公式计算为:

$$\bar{M} = 4.948\text{g}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (M_i - \bar{M})^2}{9}} = 0.0055\text{g}$$

实际测量 6 次，取平均值作为被测量的估计值，则称量重复性引入的标准不确定度为：

$$u_1(M) = \frac{s}{\sqrt{6}} = 0.0022\text{g}$$

D. 3. 1. 2 由电子天平示值误差引入的标准不确定度分量 $u_2(M)$ 的评定

电子天平的称量误差为 $\pm 0.005\text{ g}$ ，服从均匀分布，所以：

$$u_2(M) = \frac{0.005\text{g}}{\sqrt{3}} = 0.0029\text{g}$$

D. 3. 1. 3 称量重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(M)$ 与电子天平示值误差引入的标准不确定度分量 $u_2(M)$ 不相关，所以水质量称量引入的标准不确定度 $u(M)$ 为：

$$u(M) = \sqrt{u_1^2(M) + u_2^2(M)} = \sqrt{0.0022^2 + 0.0029^2}\text{g} = 0.0036\text{g}$$

D. 3. 2 砝码密度测量误差引入的标准不确定度 $u(\rho_B)$ 的评定

砝码密度的测量误差为 $\pm 0.2\text{ mg/cm}^3$ ，服从均匀分布，所以：

$$u(\rho_B) = \frac{0.2\text{mg/cm}^3}{\sqrt{3}} = 0.115\text{mg/cm}^3 = 1.15 \times 10^{-4}\text{g/cm}^3$$

D. 3. 3 空气密度测量误差引入的标准不确定度 $u(\rho_a)$ 的评定

空气密度的测量误差为 $\pm 1.73 \times 10^{-7}\text{ g/cm}^3$ ，服从均匀分布，所以：

$$u(\rho_a) = \frac{1.73 \times 10^{-7}\text{g/cm}^3}{\sqrt{3}} = 1 \times 10^{-7}\text{g/cm}^3$$

D. 3. 4 水密度测量误差引入的标准不确定度 $u(\rho_w)$ 的评定

因容积的检定介质为去离子水，所以密度采用了国际实用温标水密度值，其误差为 $\pm 5 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^3$ ，服从均匀分布，所以：

$$u(\rho_w) = \frac{5 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^3}{\sqrt{3}} = 2.887 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^3$$

D.3.5 容器体胀系数测量误差引入的标准不确定度 $u(\beta)$ 的评定

容器体胀系数的测量误差为 $\pm 2.5 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ ，服从均匀分布，所以：

$$u(\beta) = \frac{2.5 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 1.443 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$$

D.3.6 水温测量误差引入的标准不确定度 $u(t)$ 的评定

水温度测量误差为 $\pm 0.01 \text{ } ^\circ\text{C}$ ，服从均匀分布，所以：

$$u(t) = \frac{0.01 ^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0.006 ^\circ\text{C}$$

D.4 标准不确定度分量汇总表

各个输入量的标准不确定度汇总表 D.1。

表 D.1 标准不确定度分量汇总表

标准不确定度 $u(x_i)$	不确定度来源	标准不确定度值 $u(x_i)$	概率分布	c_i	标准不确定度分量 $c_i \cdot u(x_i) / \text{mL}$
$u_1(M)$	容量测量重复性	0.0022g	正态	/	/
$u_2(M)$	天平示值误差	0.0029g	均匀	/	/
$u(M)$	/	0.0036 g	/	$1.003 \text{ cm}^3/\text{g}$	3.65×10^{-3}
$u(\rho_B)$	砝码密度测量误差	$1.150 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$	均匀	$1.63 \times 10^{-6} \text{ cm}^6/\text{g}$	1.89×10^{-10}

$u(\rho_a)$	空气密度测量误差	$1 \times 10^{-7} \text{ g/cm}^3$	均匀	$8.78 \times 10^{-5} \text{ cm}^6/\text{g}$	8.78×10^{-12}
$u(\rho_w)$	水密度测量误差	$2.887 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^3$	均匀	$1.01 \times 10^{-4} \text{ cm}^6/\text{g}$	2.90×10^{-10}
$u(\beta)$	量器体胀系数 测量误差	$1.443 \times 10^{-7} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$	均匀	$2.01 \times 10^{-5} \text{ cm}^3 \cdot ^\circ\text{C}$	2.89×10^{-12}
$u(t)$	水温度测量误差	$0.006 \text{ }^\circ\text{C}$	均匀	$4.51 \times 10^{-8} \text{ cm}^3 \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$	2.61×10^{-10}

D.5 合成标准不确定度的评定

由 D.2.3, 得:

$$\begin{aligned}
 u_c(V_{20}) &= \sqrt{c_1^2 u^2(M) + c_2^2 u^2(\rho_B) + c_3^2 u^2(\rho_a) + c_4^2 u^2(\rho_w) + c_5^2 u^2(\beta) + c_6^2 u^2(t)} \\
 &= \sqrt{(3.65 \times 10^{-3})^2 + (1.89 \times 10^{-10})^2 + (8.78 \times 10^{-12})^2 + (2.9 \times 10^{-10})^2 + (2.89 \times 10^{-12})^2 + (2.61 \times 10^{-10})^2} \text{ mL} \\
 &= 0.0037 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

D.6 扩展不确定度的评定

取包含因子 $k=2$, 得到瓶口分液器 5mL 点的扩展不确定度为:

$$U = 2 \times 0.0037 = 0.008 \text{ mL}, \quad k = 2。$$

新疆维吾尔自治区
地方计量技术规范

瓶口分液器校准规范

JJF (新) 14—2018

新疆维吾尔自治区质量技术监督局发布

*

版权所有 不得翻印

*

880mm×1230mm 16 开本

2018 年 12 月第 1 版 2018 年 12 月第 1 次印刷

印数 1-100

