瓶口分液器校准规范

1. **范围**

本规范适用于测量范围在（0～200）mL的瓶口分液器的校准。

1. **引用文件**

本规范引用了下列文件：

JJG646-2006《移液器检定规程》

GB/T6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》

JJF 1009-2006《容量计量术语及定义》

BS EN ISO 8655-5:2002活塞式容积仪 第5部分：分液器（Piston-operated volumetric apparatus—part 5：Dispensers）

BS EN ISO 8655-6:2002活塞式容积仪 第6部分：称重法测量误差（Piston-operated volumetric apparatus—part 6：Gravimetric methods for the determination of measurement error）

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。

1. **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

 吸取液体介质的部件。

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容器调节器 volume controller

 调整容量数码器的旋钮。

1. **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移液器的吸液量。

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。瓶口分液器一般为可调节量器，可调瓶口分液器包含手动调节和数显调节两种方式，按照其调节方式分为数字型和游标型。

1. **计量特性**

5.1容量示值误差

容量值采用衡量法进行校准,具体流程如图1所示。 图1

采用衡量法进行测量

进行容量值计算

选取校准点

5.2测量重复性

 瓶口分液器测量重复性不得超过相应量程规定的最大允许误差绝对值。

注：以上指标不是用于合格判断，仅供参考。

1. **校准条件**

6.1 环境条件

瓶口分液器应在环境温度为（15～25）℃、且室温变化不得大于1℃/h、相对湿度不大于80%的条件下进行；振动、大气中水汽凝结和气流及磁场等其他影响量不得对测量结果产生影响。

6.2 校准介质

 校准介质为符合GB/T 6682-2008《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。

6.3 校准设备

 校准设备见表1。

表1 校准设备

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 测量范围 | 技术要求 | 备注 |
| 电子天平 | （0～41/120）g | 分度值：0.01mg/0.1mg准确度等级：级 | 被校瓶口分液器标称容量范围：0.1mL＜V≤10mL |
| 电子天平 | （0～210）g | 分度值：0.1mg准确度等级：级 | 被校瓶口分液器标称容量范围：10mL＜V≤50 mL |
| 电子天平 | （0～520）g | 分度值：0.1mg准确度等级：级 | 被校瓶口分液器标称容量范围：50mL＜V≤200 mL |
| 温度计 | （0～50）℃ | 分度值：0.1℃ |  |
| 称量杯 | （0～300）mL | / | 有盖 |
| 试剂瓶 | （0～500/1000）mL | / | 标准A45螺口或可与瓶口分液器相连 |

1. **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（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) 开关应有锁闭功能，以防止误操作导致液体外泄。

b) 容量调节机构应转动灵活，显示窗的数字显示应清晰、完整。

c) 吸液嘴排液后应无残留液体存在。

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。校准介质在实验室放置不少于24h，其温度与室温相差不得大于2℃。被校瓶口分液器在实验室放置不少于4h。

7.2容量示值误差与重复性

7.2.1校准点一般取为分液量程的10%、50%和100%点，也可以根据顾客要求选择校准点。

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，通过连续抽排液体排空气泡。

7.2.3将称量杯置于电子天平秤盘上，待显示稳定后置零。

7.2.4将校准介质吸入主体容器部分，倾斜45°握住称量杯，吸液嘴贴着称量杯内壁，使校准介质流入称量杯。

7.2.5将称量杯置于电子天平秤盘上，待天平显示值稳定后读取称量结果。

7.2.6每一个校准点按照7.2.1～7.2.5所述的步骤重复测量6次，按照式（1）计算每次测量的容量值：

 (1)

式中：

—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校准介质的表观质量，g；

—标准砝码材料密度，g/cm3；

—检定时实验室内的空气密度，g/cm3；

—*t*℃时的校准介质密度，g/cm3；

—被校瓶口分液器的体胀系数，℃-1；

*t* —校准时校准介质的温度，℃。

若引入校准时校准介质温度所对应的常数*K*（*t*），则也可以按照式（2）计算每次测量的容量值：

  (2)

式中：

 cm3/g，其值见附录D。

取6次测量结果的算术平均值作为每个校准点的容量校准值，即：



式中：

—被校瓶口分液器6次容量校准值的平均值，mL。

容量相对示值误差计算按照式（3）进行计算：

  (3)

测量重复性按照式（4）进行计算：

 (4)

1. **校准结果**

8.1校准记录

校准记录应记载测量数据和计算结果，记录格式参考附录C。

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参考附录A。

9 复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过12个月。顾客可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录A

校准证书内页格式（第2页）

证书编号 XXXXXXXXXX

|  |
| --- |
| 校准机构授权说明 |
| 校准所依据/参照的技术文件（代号、名称）： |
| 校准地点及环境条件： |
| 温 度 | ℃ | 地 点 |  |
| 湿 度 | %RH | 其 它 |  |
| 校准使用的主要标准器： |
| 名 称 | 测量范围 | 不确定度/准确度等级/最大允许误差 | 证书编号 | 证书有效日期至 |
|  |  |  |  |  |
| 测量溯源性说明： |

第X页 共X页

附录B

 校准证书内页格式（第3页）

1. 外观及工作正常性检查：
2. 容量示值误差与重复性：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 仪器编号 | 测量范围(mL) | 校准点(mL) | 校准值(mL) | 相对示值误差(%) | 重复性(%) | 不确定度() |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

附录C

 共 页，第 页

瓶口分液器校准原始记录

送检单位 任务单号

送检单位地址

制造厂/商 出厂编号

型号规格/测量范围 准确度等级

主要标准器名称 测量范围 准确度等级 证书编号 有效日期至

校准依据的技术文件（代号、名称）：

校准的环境条件 温度 ℃ 相对湿度 % 主要标准器使用前工作状况

校准地点 主要标准器使用后工作状况

校准项目

1. 外观及工作正常性检查：
2. 容量校准值与重复性：

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准点与介质温度 | 次数 | 质量值（g） | 值/(cm3/g) | 时实际容量(mL) | 平均值(mL) | 重复性(%) | 扩展不确定度()(mL) |
|  | 1 |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |
| 3 |  |   |  |
| 4 |  |  |  |
| 5 |  |  |  |
| 6 |  |  |  |

校准员 核验员 校准日期 年 月 日

附录D

值表

 （=0.00045/℃）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 介质温度/℃ | (cm3/g) | 介质温度/℃ | (cm3/g) | 介质温度/℃ | (cm3/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 | 1.002504 | 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

瓶口分液器的测量不确定度评定示例

D.1概述

D.1.1测量依据：JJF(甘) XXXX- XXXX《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，最大称量值520g,分度值0.1mg。

D.1.4 被测对象：测量范围在（0～50）mL的瓶口分液器。

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掀下使校准介质流入称量杯中，在天平上称量校准介质的质量，并测得校准介质的温度，按衡量法计算公式计算出被检瓶口分液器在标准温度20℃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

 

式中：

—20℃时瓶口分液器的实际容量，mL；

*M —*被校瓶口分液器所容纳校准介质的表观质量，g；

—标准砝码材料密度，g/cm3；

—天平室内的空气密度，g/cm3；

—*t*℃时的校准介质密度，g/cm3；

—被校瓶口分液器的体胀系数，℃-1；

*t* —校准时校准介质的温度，℃。

D.2.2灵敏系数

取： g；g/cm3；g/cm3；/℃；

 g/cm3；℃

得：

 =1.003cm3/g

 =cm6/g

 =cm6/g

 =cm6/g

 =cm3℃

 = cm3℃-1

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：

D.3全部输入量的标准不确定度评定

D.3.1校准介质质量称量引入的标准不确定度的评定

的来源包括由称量重复性引入的标准不确定度分量与电子天平示值误差引入的标准不确定度分量。

D.3.1.1由称量重复性引入的标准不确定度分量的评定

对5mL容量在重复性条件下测量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：

 =4.948g

 =0.0055g

实际测量10次，取平均值作为被测量的最佳估计值，则由称量重复性引入的标准不确定度为：

 g

D.3.1.2由天平示值误差引入的标准不确定度分量的评定

 校准介质质量测量B类不确定度取决于电子天平的不确定度，现使用的电子天平称量误差为±0.005g，它服从均匀分布，所以：

D.3.1.3称量重复性引入的标准不确定度分量与电子天平示值误差引入的标准不确定度分量不相关，所以校准介质质量称量引入的标准不确定度为：

 

D.3.2 砝码密度测量误差引入的标准不确定度的评定

 砝码密度的测量误差为±0.2mg/cm3，服从均匀分布，所以：

 ==0.115 mg/cm3=g/cm3

 D.3.3 空气密度测量误差引入的标准不确定度的评定

 空气密度的测量误差为±1.73×10-7g/cm3，服从均匀分布，所以：

 = g/cm3

 D.3.4 校准介质密度测量误差引入的标准不确定度的评定

 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，其测量误差为±5×10-6g/cm3，服从均匀分布，所以：

== g/cm3

 D.3.5 容器体胀系数测量误差引入的标准不确定度的评定

 容器体胀系数的误差为±2.5×10-7/℃，服从均匀分布，所以：

==/℃

D.3.6校准介质温度测量误差引入的标准不确定度分量的评定

 校准介质温度的测量误差为±0.01℃，服从均匀分布，所以：

 ℃

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见表D.1

表D.1标准不确定度分量汇总表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度 | 不确定度来源 | 标准不确定度值 | 概率分布 |  | 标准不确定度分量/mL |
|  | 容量测量重复性 | 0.0022g | 正态 | / | / |
|  | 天平示值误差 | 0.0029g | 均匀 | / | / |
|  | / | 0.0036g | / | 1.003cm3/g |  |
|  | 砝码密度测量误差 | g/cm3 | 均匀 | cm6/g |  |
|  | 空气密度测量误差 |  g/cm3 | 均匀 | cm6/g |  |
|  | 校准介质密度测量误差 |  g/cm3 | 均匀 | cm6/g |  |

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 量器体胀系数测量误差 | /℃ | 均匀 | cm3℃ |  |
|  | 校准介质温度测量误差 | 0.006℃ | 均匀 |  cm3℃-1 |  |

D.5 合成标准不确定度的评定

由D.2.3得：

 = 0.0037mL

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：

 mL，*k*=2