



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 1064—2011

氨基酸分析仪

Automatic Amino Acid Analyzer

2011-01-21 发布

2011-04-21 实施



国家质量监督检验检疫总局 发布

中华人民共和国
国家计量检定规程
氨基酸分析仪
JJG 1064—2011
国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国计量出版社出版
北京和平里西街甲2号
邮政编码 100013
电话(010)64275360

<http://www.zgjl.com.cn>

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行
版权所有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 16 千字
2011年4月第1版 2011年4月第1次印刷
书号: 155026·J-2575 定价 18.00 元

氨基酸分析仪检定规程

Verification Regulation of

Automatic Amino Acid Analyzer



JJG 1064—2011

本规程经国家质量监督检验检疫总局于 2011 年 1 月 21 日批准，并自 2011 年 4 月 21 日起施行。

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

起草单位：中国计量科学研究院

参加起草单位：天美（中国）科学仪器有限公司

河南省计量科学研究院

本规程委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

马 康（中国计量科学研究院）

赵 敏（中国计量科学研究院）

刘 军（中国计量科学研究院）

参加起草人：

李 梅（天美（中国）科学仪器有限公司）

孟 洁（河南省计量科学研究院）

目 录

| | |
|----------------------------|--------|
| 1 范围..... | (1) |
| 2 概述..... | (1) |
| 3 计量性能要求..... | (1) |
| 4 通用技术要求..... | (2) |
| 4.1 外观..... | (2) |
| 4.2 工作正常性..... | (2) |
| 5 计量器具控制..... | (2) |
| 5.1 检定条件..... | (2) |
| 5.2 检定项目..... | (3) |
| 5.3 检定方法..... | (3) |
| 5.4 检定结果的处理..... | (5) |
| 5.5 检定周期..... | (5) |
| 附录 A 检定证书（内页）参考格式 | (6) |
| 附录 B 检定结果通知书（内页）参考格式 | (7) |
| 附录 C 检定记录参考格式 | (8) |
| 附录 D 流动相密度测量方法 | (10) |

氨基酸分析仪检定规程

1 范围

本规程适用于食品安全、医药卫生、临床检验和饲料监察等分析用氨基酸分析仪（以下简称仪器）的首次检定、后续检定和使用中检验。

2 概述

氨基酸分析仪是采用阳离子交换色谱法对氨基酸进行分离，并进行定性和定量分析的仪器。样品中的蛋白质经盐酸水解，其产物经离子交换色谱柱分离，分离出的单个氨基酸组分与茚三酮试剂反应，生成紫色化合物，用可见光检测器测量其在 570 nm 的吸光度（脯氨酸和羟脯氨酸在 440 nm 测量），与标准溶液的吸光度比较，即可计算出样品中氨基酸的含量。氨基酸分析仪的基本原理图见图 1。

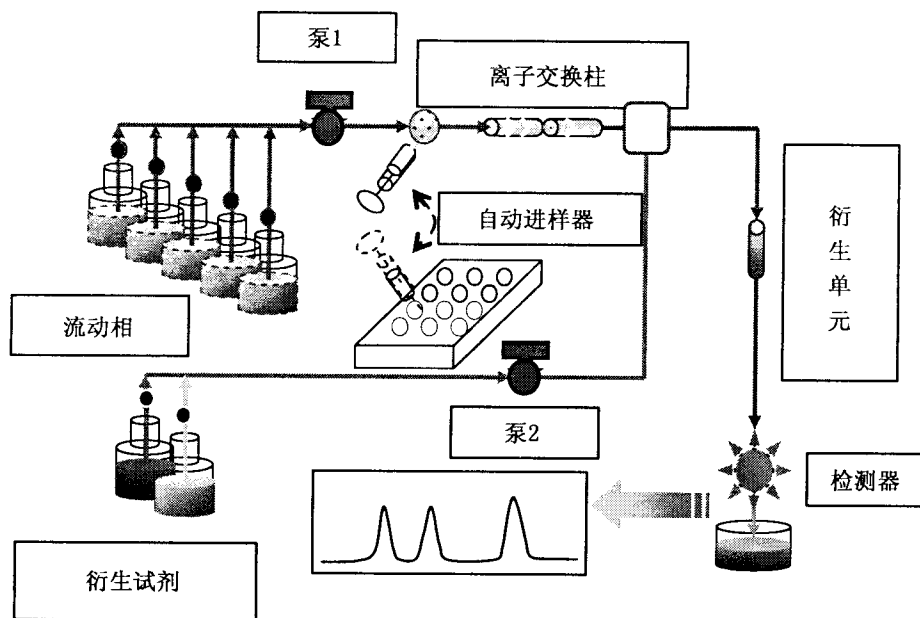


图 1 氨基酸分析仪分析原理图

3 计量性能要求

氨基酸分析仪的主要计量性能应符合表 1 的要求。

表 1 氨基酸分析仪的计量性能指标

| 序号 | 计量性能 | | 技术指标 |
|----|------|----------------|---|
| 1 | 输液系统 | 流量设定值误差 | 不大于±2% |
| | | 流量稳定性 | 不大于2% |
| 2 | 色谱柱 | 分离度 (峰高分离度) | 苏氨酸-丝氨酸 不小于85% 甘氨酸-丙氨酸 不小于90% 亮氨酸-异亮氨酸 不小于80% |
| 3 | 检测器 | 1) 基线噪声 | 不大于0.5 mV |
| | | 2) 基线漂移 | 不大于1.5 mV/60 min |
| | | 3) 检测限 | 不大于1 nmol (S/N=2, 组氨酸) |
| 4 | 整机性能 | 1) 定性测量 | 不大于1.5% (天冬氨酸和精氨酸) |
| | | 2) 定量测量 | 不大于3.0% (甘氨酸和组氨酸) |
| | | 3) 线性 | 相关系数 r 不小于0.995 |

4 通用技术要求

4.1 外观

仪器上应有仪器名称、型号、制造厂名、产品序列号、出厂日期等内容的标牌。

仪器应无影响正常工作的损伤、划痕、油污等连接故障，紧固件无松动。

4.2 工作正常性

4.2.1 仪器管路应使用不锈钢、聚四氟乙烯 (PEEK)、聚丙烯 (PP) 或氟乙烯等管材，在规定的压力范围内无泄漏。

4.2.2 仪器电源线、信号线等应连接紧密，开关、按钮、旋钮、指示物等功能正常，数字显示清晰。

5 计量器具控制

5.1 检定条件

5.1.1 检定环境

5.1.1.1 室内温度为 15℃~30℃，湿度为 30%~80% RH。室内清洁，无易燃、易爆和腐蚀性气体，排风良好。

5.1.1.2 仪器周围无强烈的机械震动和电磁干扰。

5.1.2 检定设备

5.1.2.1 分析天平：最小分度不大于 0.1 mg；

5.1.2.2 秒表：最小分度不大于 0.1 s；

5.1.2.3 游标卡尺：最小分度不大于 0.02 mm；

5.1.2.4 容量瓶等玻璃器皿。

5.1.3 标准物质

国家计量行政部门批准的氨基酸标准物质。

5.2 检定项目

检定项目见表 2。

表 2 检定项目一览表

| 序号 | 检定项目 | 首次检定 | 后续检定 | 使用中检验 |
|----|------------|------|------|-------|
| 1 | 外观及工作正常性检查 | + | + | + |
| 2 | 流量设定值误差 | + | — | — |
| 3 | 流量稳定性 | + | — | — |
| 4 | 分离度 | + | + | + |
| 5 | 基线噪声 | + | + | — |
| 6 | 基线漂移 | + | + | — |
| 7 | 检测限 | + | + | + |
| 8 | 定性测量重复性 | + | + | + |
| 9 | 定量测量重复性 | + | + | + |
| 10 | 线性 | + | — | — |

注：“+”表示应检定项目，“—”表示可不检定项目。

5.3 检定方法

5.3.1 外观及工作正常性检查

按第 4 章的要求，目视、嗅闻各项检查。

5.3.2 泵流量设定值误差 S_S 和流量稳定性 S_R 的检定

氨基酸分析仪有 2 个泵，输送流动相的泵筒称泵 1，输送茚三酮的泵筒称泵 2。按仪器说明书的要求设定常用泵流量。用 10 mL 容量瓶收集流动相 B1 缓冲溶液 B1。待压力稳定后，从检测器出口用事先清洗、干燥、称重过的容量瓶收集流动相，同时用秒表计时，收集 20 min~30 min，在分析天平上称重，按式 (1) 计算流量实测值 F_m (mL/min)。每测完一次，改变泵流量，几分钟后再次复到原设定值，待稳定后按上述方法收集流动相、称重。重复测量 3 次，3 次结果的平均值为流量实测值。按式 (2)、式 (3) 计算泵 1 的 S_S 和 S_R 。

$$F_m = \frac{W_2 - W_1}{\rho_T t} \quad (1)$$

式中： W_2 ——容量瓶+流动相的质量，g；

W_1 ——容量瓶的质量，g；

ρ_T ——实验温度下流动相的密度，g/cm³（密度测量方法见附录 D）；

t ——收集流动相的时间，min。

$$S_S = \frac{\bar{F}_m - F_S}{F_S} \times 100\% \quad (2)$$

$$S_R = \frac{F_{\max} - F_{\min}}{\bar{F}_m} \times 100\% \quad (3)$$

式中： \bar{F}_m ——3次测量流量的算术平均值，mL/min；

F_s ——流量设定值，mL/min；

F_{\max} ——3次测量中流量最大值，mL/min；

F_{\min} ——3次测量中流量最小值，mL/min。

泵1流量测量结束后，启动泵2，按上述方法测量泵1和泵2的流量，由当时测得的缓冲溶液B1与茚三酮混合液的密度及流动相搜集时间，按式(1)计算泵1加泵2的流量，扣除泵1的流量，即得泵2的流量，重复测量3次，按式(2)、式(3)计算泵2的 S_s 和 S_R 。

5.3.3 分离度

按仪器推荐的测量条件设置各项参数，启动仪器待稳定后，由进样系统注入氨基酸标准溶液（浓度为5 nmol/mL~20 nmol/mL）做色谱分析，由色谱图测量的数据按式(4)计算苏氨酸(Thr)-丝氨酸(Ser)、甘氨酸(Gly)-丙氨酸(Ala)、亮氨酸(Leu)-异亮氨酸(Ile)的分离度 R_h 。

$$R_h = \frac{H_0 - H}{H_0} \times 100\% \quad (4)$$

式中： H_0 ——两相邻色谱峰的平均峰高，mm；

H ——两相邻色谱峰交点到基线的距离，mm。

5.3.4 基线噪声和漂移

按仪器推荐的测量条件设置仪器参数，启动泵1（只用缓冲溶液B1）和泵2，待仪器稳定后记录基线60 min，取一段时间基线峰-峰值表示基线噪声，以mV（或 μ V）表示；60 min内基线偏离起始点的值为基线漂移，以mV（ μ V）/60min表示。

5.3.5 检测限

在5.3.3的测量条件下，测量浓度为5 nmol/mL左右的氨基酸标准溶液3次，记录色谱图，由组氨酸(His)峰高平均值和基线噪声值，按式(5)计算检测限 C_L 。

$$C_L = \frac{2N_D C_{\text{组}} V}{1000H_{\text{组}}} \quad (5)$$

式中： N_D ——基线噪声值，mV或mm；

$C_{\text{组}}$ ——组氨酸溶液浓度，nmol/mL；

$H_{\text{组}}$ ——组氨酸色谱峰高的平均值，mV或mm；

V ——进样体积， μ L。

5.3.6 定性、定量测量重复性

在5.3.3的测量条件下，重复测量氨基酸标准溶液（浓度同5.3.3）至少7次，由测量结果按式(6)计算天冬氨酸(Asp)和精氨酸(Arg)保留时间的重复性及甘氨酸(Gly)和组氨酸(His)峰面积的重复性，用 $RSD_{\text{定性(定量)}}$ 表示。

$$RSD_{\text{定性(定量)}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \times \frac{1}{\bar{X}} \times 100\% \quad (6)$$

式中： X_i ——第*i*次测量的色谱峰保留时间（或峰面积）；

\bar{X} ——色谱峰保留时间（或峰面积）的 n 次测量平均值。

5.3.7 仪器线性

在仪器正常的工作条件下，测量 4~5 个浓度（至少在两个数量级范围内）氨基酸标准溶液，每个浓度重复测量 3 次，计算甘氨酸和赖氨酸峰面积的算术平均值，标准溶液浓度对峰面积平均值的线性相关系数 γ 不小于 0.995。

5.4 检定结果的处理

按规程的条款检定，达到规定技术要求的仪器为合格仪器，发给检定证书；达不到规定技术要求的仪器为不合格仪器，发给检定结果通知书，并注明不合格项目。

5.5 检定周期

氨基酸分析仪的检定周期不超过 1 年，更换重要部件或对仪器性能有怀疑时，应随时检定。



附录 A

检定证书（内页）参考格式

检定结果

A.1 外观及工作正常性检查：

A.2 流量设定值误差和稳定性：

流量设定值：

流量实测值：

设定值误差：

流量稳定性：

A.3 色谱柱分离度：

Thr-Ser：

Gly-Ala：

Leu-Ile：

A.4 检测器

基线噪声：

基线漂移：

检出限：

A.5 整机性能

定性测量重复性 (RSD_7):

定量测量重复性 (RSD_7):

仪器线性：

A.6 检定结论：

附录 B

检定结果通知书（内页）参考格式

检定结果

B.1 外观及工作正常性检查：

B.2 流量设定值误差和稳定性：

流量设定值：

流量实测值：

设定值误差：

流量稳定性：

B.3 色谱柱分离度：

Thr-Ser：

Gly-Ala：

Leu-Ile：

B.4 检测器

基线噪声：

基线漂移：

检出限：

B.5 整机性能

定性测量重复性 (RSD_7):

定量测量重复性 (RSD_7):

仪器线性：

B.6 不合格项目：

B.7 检定结论：

附录 C

检定记录参考格式

氨基酸分析仪检定记录

| | | | |
|------|--|------|--|
| 送检单位 | | 检定日期 | |
| 单位地址 | | 室内温度 | |
| 联系电话 | | 相对湿度 | |
| 仪器型号 | | 检定人员 | |
| 生产厂家 | | 核验人员 | |
| 设备编号 | | 证书编号 | |

C.1 外观及工作正常性检查

C.2 泵流量设定值误差及流量稳定性

| | | | | | | |
|------------------------|---------|---------|--|-------------|---------|--|
| 泵编号 | 1 | | | 1+2 | | |
| 流动相 | | | | | | |
| 密度 | | | | | | |
| F_s | $F_1 =$ | $t_1 =$ | | $F_{1+2} =$ | $t_2 =$ | |
| W_1 | | | | | | |
| W_2 | | | | | | |
| $W_2 - W_1$ | | | | | | |
| $(W_2 - W_1) / \rho_T$ | | | | | | |
| F_m | | | | | | |
| F_2 | | | | | | |
| \bar{F} | | | | | | |
| S_s | | | | | | |
| S_R | | | | | | |

C.3 分离度

| | | | |
|---------|-------|-----|-----------------|
| 氨基酸 | H_0 | H | $H_0 - H / H_0$ |
| Thr-Ser | | | |
| Gly-Ala | | | |
| Leu-Ile | | | |

C.4 基线噪声

C.5 基线漂移

C.6 检测限

样品浓度： 进样量： 基线噪声：

组氨酸峰高：

检测限：

C.7 测量重复性

| 序号 | 项目 | 保留时间/min | | 峰面积 | |
|----|-----|----------|-----|-----|-----|
| | | Asp | Arg | Gly | His |
| 1 | | | | | |
| 2 | | | | | |
| 3 | | | | | |
| 4 | | | | | |
| 5 | | | | | |
| 6 | | | | | |
| 7 | | | | | |
| | 平均值 | | | | |
| | RSD | | | | |

C.8 仪器线性

| 样品浓度 | | | | | |
|--------|----|--|--|--|--|
| 测量结果 | 1 | | | | |
| | 2 | | | | |
| | 3 | | | | |
| | 平均 | | | | |
| 线性相关系数 | | | | | |

C.9 结论

附录 D

流动相密度测量方法

D.1 缓冲溶液 B1 的密度

准确称量（准确到 0.1 mg）一个清洁、干燥、体积校准过的 5 mL 容量瓶的质量，记为 m_1 ，从缓冲溶液 B1 瓶中取出 B1 溶液注入容量瓶中恰好到刻度（注意不要将流动相沾到容量瓶刻线以上），在天平上称重，记为 m_2 ，按下式计算缓冲溶液 B1 的密度，重复 3 次，取平均值。

$$\rho_{B1} = \frac{m_2 - m_1}{V} \quad (D.1)$$

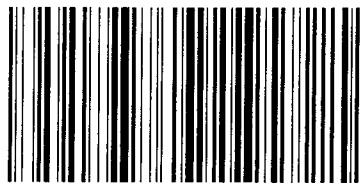
式中： m_1 ——容量瓶的质量，g；

m_2 ——容量瓶+缓冲溶液的质量，g；

V ——容量瓶的体积，mL。

D.2 缓冲溶液 B1 和茚三酮混合溶液的密度

在天平上准确称量一个清洁、干燥、体积校准过的 5 mL 容量瓶的质量，记为 m_1 ，准确到 0.1 mg。按仪器说明书设置常用的泵 1 和泵 2 流量，启动泵 1 和泵 2，待稳定后从流动相的出口收集流动相于容量瓶中，至溶液恰好到刻线，然后在天平上称重，记为 m_2 ，按式（D.1）计算在两泵设定流量下缓冲溶液 B1 和茚三酮混合溶液的密度 $\rho_{\text{混合}}$ 。



JJG 1064—2011

版权专有 侵权必究

*

书号：155026·J-2575

定价：18.00 元