



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 964—2001

毛细管电泳仪

Capillary Electrophoresis Instrument

2001-07-06 发布

2001-10-01 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

毛细管电泳仪检定规程

Verification Regulation of

Capillary Electrophoresis Instrument

JJG 964—2001

本规程经国家质量监督检验检疫总局于2001年07月06日批准，并自2001年10月01日起施行。

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：河北省计量测试研究所

参加起草单位：福建省计量科学技术研究所

保定高新区天惠分离科学研究所

北京市新技术应用研究所

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：

刘增明 （河北省计量测试研究所）

方 静 （河北省计量测试研究所）

郑吉鹏 （河北省计量测试研究所）

参加起草人：

罗 峰 （福建省计量科学技术研究所）

丁天惠 （保定高新区天惠分离科学研究所）

王雅芬 （北京市新技术应用研究所）

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)
5 计量器具控制.....	(2)
附录 A 标准溶液的配制	(6)
附录 B 检定证书(背面)格式	(7)
附录 C 检定记录格式	(8)

毛细管电泳仪检定规程

1 范围

本规程适用于带有紫外检测器的毛细管电泳仪的首次检定、后续检定和使用中检验。

2 概述

毛细管电泳仪（以下简称仪器）是根据在电解质溶液中，带电粒子在高压电场作用下，以不同的速度定向迁移的现象来达到组分分离的目的。各组分分离后通过检测器进行检测，并根据各组分的迁移时间和响应值进行定性、定量分析。电泳的支持物是弹性石英毛细管。

仪器主要由高压电源、进样器、毛细管柱、检测器、数据处理系统等几部分构成，工作原理见图 1。

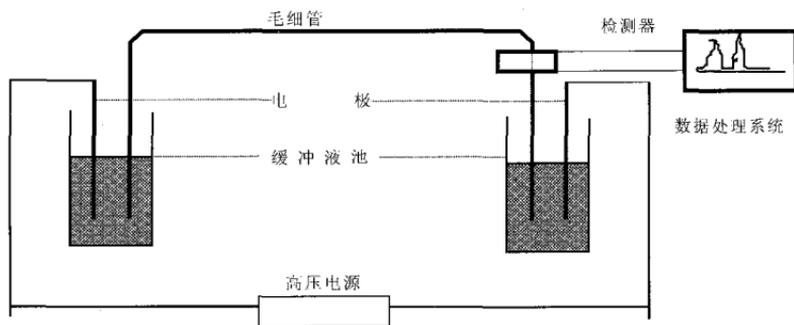


图 1 毛细管电泳仪工作原理

3 计量性能要求

- 3.1 中心波长误差： ± 2 nm；滤光片半宽度： ≤ 15 nm（固定波长紫外检测器）。
- 3.2 波长示值误差： ± 2 nm；波长重复性： ≤ 1 nm（连续可调波长紫外检测器）。
- 3.3 基线漂移： ≤ 0.002 AU/h。
- 3.4 基线噪声： ≤ 0.0005 AU。
- 3.5 检测限： $\leq 1 \times 10^{-6}$ g/ml（维生素 B₆）。
- 3.6 高压电源

- 3.6.1 电压范围：0~30 kV，示值误差为 $\pm 2.0\%$ 。
3.6.2 电流范围：0~300 μA ，示值误差为 $\pm 3.0\%$ 。
3.6.3 稳定性

观察 3 min 内电压稳定性 $\leq 1.5\%$ 。

3.7 定性、定量测量重复性

- 3.7.1 定性测量重复性误差（8 次测量） $\delta_{\text{定性}} \leq 1.5\%$ 。
3.7.2 定量测量重复性误差（8 次测量） $\delta_{\text{定值}} \leq 3.0\%$ 。

4 通用技术要求

4.1 仪器外观

4.1.1 仪器应有下列标志：名称、型号、制造厂名、生产日期、产品编号、**MC** 标志、电源电压和频率、最大功率。

4.1.2 仪器应能平稳置于工作台上，各紧固件均应紧固良好，各调节器、按键和开关均能正常工作。

4.1.3 电缆线的接插件均应紧密配合，接触良好。

4.2 气路系统：气路处于正常工作条件下，将气路末端堵住，用皂膜液涂抹各接头，应无气泡产生。

4.3 绝缘电阻：绝缘电阻应大于 10 M Ω 。

5 计量器具控制

计量器具控制包括：首次检定、后续检定和使用中检验。

5.1 检定条件

5.1.1 检定环境条件

- 5.1.1.1 环境温度：(20 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$
5.1.1.2 环境湿度：相对湿度 $\leq 85\%$ RH
5.1.2 供电电源：(220 \pm 22) V，(50 \pm 5) Hz。

5.1.3 检定用设备

- 5.1.3.1 秒表：分度值 0.1 s。
5.1.3.2 分析天平：最大称量 200 g，最小分度为 0.1 mg。
5.1.3.3 电流表：0~500 μA ，1.0 级。
5.1.3.4 静电电压表：0~30 kV，0.5 级。
5.1.3.5 绝缘电阻表：500 V，0~500 M Ω ，1.0 级。
5.1.3.6 电阻：22 M Ω ，1.0 级。

5.1.4 标准物质和试剂

- 5.1.4.1 维生素 B₆（分析纯）。
5.1.4.2 磷酸氢二钠（分析纯）。
5.1.4.3 紫外吸收标准溶液 GBW (E) 130066。

5.2 检定项目和检定方法

5.2.1 外观检查

按 4.1~4.2 条说明进行外观及初步检查。

5.2.2 高压电源的检定

5.2.2.1 电压示值误差的检定

将静电电压表接入高压电源的输出端，在全量程范围内均匀选取 6 个点（其中包括最大标称输出电压），测量各点输出电压，按公式（1）计算各点的示值误差，取其最大值作为电压示值误差。

$$\delta V_{\text{示}} = \frac{V_{\text{标}} - V_i}{V_i} \times 100\% \quad (1)$$

式中： $\delta V_{\text{示}}$ ——电压示值误差，（%）；

V_i ——各点测量电压值，kV；

$V_{\text{标}}$ ——各点标称电压值，kV。

5.2.2.2 电流示值误差的检定

将 22 M Ω 电阻和电流表串入高压电源的输出端，调整仪器到最大标称输出电流，读取电流表的显示值，按公式（2）计算输出电流的示值误差。

$$\delta I_{\text{示}} = \frac{I_{\text{标}} - I}{I} \times 100\% \quad (2)$$

式中： $\delta I_{\text{示}}$ ——电流示值误差，（%）；

I ——测量电流值， μA ；

$I_{\text{标}}$ ——仪器最大标称输出电流值， μA 。

5.2.2.3 电源稳定性

仪器预热 30 min 后，设定输出电压为 20 kV，接静电电压表于高压电源电压输出端，连续观察 3 min，记录电压表显示的最大值和最小值。最大值与最小值的差与设定输出电压值之比为电源的稳定性。

5.2.3 紫外检测器性能的检定

5.2.3.1 波长示值误差及重复性的检定

5.2.3.1.1 固定波长紫外检测器的中心波长及半宽度检定

将仪器配置的滤光片取出，按照 JJG 812—1993《干涉滤光片检定规程》检定中心波长（峰值波长）及半宽度，其误差及半宽度应符合 9.1 条的要求。

5.2.3.1.2 连续可调波长紫外检测器的波长示值误差及重复性检定

采用紫外吸收标准溶液分别在 235，257，313 nm 和 350 nm 4 点检定波长示值误差。

将检测器波长设在比较准波长低 5 nm 处（如检定 257 nm 时，检测器波长先调到 252 nm），以 1 nm 的间隔改变波长，得到波长特征曲线，曲线波峰、波谷处对应的波长为该点测量波长，重复测量 3 次，取其平均值。测量波长平均值与标准波长之差为波

长示值误差。用同样的方法检定其它3点，其最大值与最小值之差为波长的重复性。

5.2.4 静态基线漂移和基线噪声的检定

将仪器各部分连接好，选择如下条件进行：波长254 nm、毛细管柱为空管，开机稳定30 min后，记录1 h的基线，计算基线漂移和基线噪声。

5.2.5 检测限

仪器处于正常工作状态下，将检测器波长调到254 nm，用 $75\ \mu\text{m} \times 40\ \text{cm}$ 的毛细管柱，柱温 $25\ ^\circ\text{C}$ ，电泳电压为15 kV。选择气压8 kPa，进样时间3 s（气压进样）；高差20 cm，时间180 s（位差进样）。待基线稳定后，用20 mmol/L的磷酸氢二钠作为缓冲溶液，取质量浓度为 $2 \times 10^{-6}\ \text{g/ml}$ 的维生素 B_6 溶液，连续进样3次，计算其峰高的算术平均值。

检测限定义为等于或大于两倍基线噪声峰高所代表的样品的质量浓度，按式（3）计算检测限。

$$D = 2H_N\rho/H \quad (3)$$

式中： D ——检测限（最小检测质量浓度）， g/ml ；

H_N ——噪声峰高， mm ；

ρ ——样品的质量浓度， g/ml ；

H ——样品峰高， mm 。

5.2.6 定性定量测量重复性的检定

将仪器连接好，使之处于正常工作状态，按5.2.5的条件，注入质量浓度为 $1 \times 10^{-4}\ \text{g/ml}$ 的维生素 B_6 溶液，记录迁移时间和峰面积（峰高），连续测量8次，按式（4）计算相对标准偏差 $\delta_{\text{定性(定量)}}$ 。

$$\delta_{\text{定性(定量)}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{(n-1)}} \times \frac{1}{\bar{X}} \times 100\% \quad (4)$$

式中： $\delta_{\text{定性(定量)}}$ ——定性（定量）重复性；

X_i ——第 i 次测得的迁移时间或峰面积（峰高）；

\bar{X} —— n 次测量结果的算术平均值；

i ——测量序号；

n ——测量次数。

5.2.7 绝缘电阻的检定

电源插头不接入电网，用绝缘电阻表在电源进线与仪器外壳之间施加500 V直流电压，稳定5 s后，测量绝缘电阻应大于10 M Ω 。

5.2.8 首次检定的仪器需按照本检定规程的要求全面进行检定，后续检定和使用中检验可不进行4.3和3.6条的检定。

5.3 检定结果的处理

经检定符合本规程要求的仪器发给检定证书；不符合的发给检定结果通知书，并注

明不合格项目。

5.4 检定周期

毛细管电泳仪检定周期一般不超过 2 年。

附录 A

标准溶液的配制

A.1 试剂

试剂名称	分子式	级别
水	H ₂ O	二次蒸馏水
维生素 B ₆	C ₈ H ₁₁ O ₃ N·HCl	分析纯
磷酸氢二钠	Na ₂ HPO ₄ ·12H ₂ O	分析纯

A.2 仪器和玻璃量器

名称	规格	名称	规格/ml
分析天平	200 g, 分度 0.1 mg	无分度吸管	1
容量瓶	100, 250 ml	无分度吸管	2
称量瓶	20 ml	烧杯	50

A.3 2.0×10^{-6} g/ml 维生素 B₆ 溶液的配制

在分析天平上, 准确称取 10.0 mg 的维生素 B₆ 固体, 放入 50 ml 的烧杯中, 加入 20 m mol/L 的磷酸氢二钠缓冲溶液使之完全溶解, 将此溶液小心移入 100 ml 容量瓶中, 并用 20 m mol/L 的磷酸氢二钠缓冲溶液稀释至刻度, 摇匀。该溶液的质量浓度为 1.0×10^{-4} g/ml, 然后用缓冲溶液逐级稀释配制成 2.0×10^{-6} g/ml 的维生素 B₆ 溶液。

A.4 20 m mol/L 的磷酸氢二钠缓冲溶液的配制

在分析天平上称取 1.79 克磷酸氢二钠固体, 放入 50 ml 烧杯中, 用蒸馏水稀释, 并移入 250 ml 的容量瓶中, 用少量蒸馏水冲洗烧杯 3 次, 冲洗液并入容量瓶中, 然后用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀后倒入磨口瓶中备用。

附录 B

检定证书（背面）格式

检 定 结 果

- 1 外观
- 2 气路系统
- 3 电压示值误差
- 4 电流示值误差
- 5 稳定性
- 6 中心波长误差
- 7 滤光片半宽度
- 8 波长示值误差
- 9 波长重复性
- 10 基线漂移
- 11 基线噪声
- 12 检测限
- 13 定性测量重复性
- 14 定量测量重复性
- 15 绝缘电阻

备注：

附录 C

检定记录格式

证书编号 _____

受检单位				温(湿)度	
仪器型号		仪器编号		检定员	
制造厂		检定日期		核验员	

1 外观检查 _____

2 高压电源

2.1 电压范围及示值误差

电压示值/kV	5	10	15	20	25	30 (max)
输出电压/kV						
示值误差/(%)						

2.2 电流示值误差

最大输出电流/ μ A		示值误差/(%)	
电流表测量值/ μ A			

2.3 电源稳定性

电源稳定性 3 min	电压最大值	电压最小值	稳定性/(%)

3 波长示值误差及重复性

3.1 固定波长紫外检测器中心波长误差及半宽度

中心波长 (λ_0)	标准波长 (λ_r)	中心波长误差	半宽度

3.2 连续可调波长紫外检测器的波长示值误差及重复性

标准波长/nm	测量波长/nm				$\Delta\lambda/\text{nm}$	δ_λ/nm
	λ_1	λ_2	λ_3	$\bar{\lambda}$		
235						
257						
313						
350						

4 静态基线漂移及噪声

基线漂移/(AU/h)		基线噪声/AU	
-------------	--	---------	--

5 仪器检出限

H/mm	H_N/mm	$D/(g/ml)$

6 定性定量重复性

测量次数	1	2	3	4	5	6	7	8	平均	δ
迁移时间										
峰面积										
峰高										

7 绝缘性能 _____