



T/CAIA

# 中国分析测试协会标准

T/CAIA/YQ002-2016

---

## 液体微流量测试方法

Testing Method of Micro-Flow Liquid

2016-12-10 发布

2017-03-15 实施

---

中国分析测试协会发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国分析测试协会标准化委员会提出并归口。

本标准起草单位：大连依利特分析仪器有限公司、中国分析测试协会、大连市计量检测研究院、中国计量科学研究院

本标准共同实验和验证单位：大连依利特分析仪器有限公司、大连市计量检测研究院、大连化学物理研究所、大连市出入境检验检疫局检验检疫技术中心、军事医学科学院、北京大学、上海伍丰科学仪器有限公司。

本标准主要起草人：孙元社、李彤、刘虎威、陶红、赵琳、梁振、黄大亮、张养军、汪正范

本标准为首次发布。

# 液体微流量测试方法

## 1 范围

本标准规定了液体微流量输出误差和重复性的测试方法,适用于微升或纳升液相色谱仪用输液泵、精密微量注射泵等微流量输出设备的性能检测。

本标准适用于以纯水为介质的 0.1  $\mu\text{L}/\text{min}$ ~1000  $\mu\text{L}/\text{min}$  微流量范围的液体测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是未注日期的引用文件,其最新版本(包括所有修改单)适用于本文件。

GB/T 1.1-2009 标准化工作导则 第一部分 标准的结构与编写

GB/T 6379.1 测试方法与结果的准确度(正确度和精密度)第 1 部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测试方法与结果的准确度(正确度和精密度)第 2 部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 质量法(第一法)

### 3.1 方法原理

以纯水为液体介质,通过精密电子天平测量单位时间内液体微流量输出设备输出纯水的质量,计算流量输出误差和重复性。

### 3.2 仪器设备与试剂

#### 3.2.1 流量输出设备

流量输出设备即液体微流量测试主体,流量输出仪器设备或装置,如微纳液相色谱仪用输液泵、精密微量注射泵等。

#### 3.2.2 精密电子天平

准确度等级不低于 II 级,测试 0.1  $\mu\text{L}/\text{min}$ ~10  $\mu\text{L}/\text{min}$  范围流量,分度值不大于 0.01 mg;测试 10  $\mu\text{L}/\text{min}$ ~1000  $\mu\text{L}/\text{min}$  范围流量,分度值不大于 0.1 mg。根据流量大小选择合适载荷,测试质量尽量在天平载荷的 60%左右。

#### 3.2.3 秒表

分度值不大于 0.1 s。

### 3.2.4 数字温度/湿度计

分度值不大于 0.1 °C。

### 3.2.5 储液容器

根据测试流量点大小，选择合适规格的容器。

### 3.2.6 试剂

纯水，分析实验室一级水，超声脱气；聚二甲基硅氧烷(二甲基硅油)，分析纯，密度 1 g/mL (20 °C)，粘度不应低于 100 mPa s(25 °C)，用于水面密封，防止水蒸发，或同等效果的其他物质。

## 3.3 测试步骤

### 3.3.1 环境条件

温度控制在(15~30)°C，温度波动不大于±2 °C/h，相对湿度为(40~80)%，记录。高精度的电子天平称量对环境十分敏感，尤其是室内空气的循环会造成电子天平读数的波动；因此，要保证实验室密闭，如有必要需考虑在电子天平外再加装隔离罩。

### 3.3.2 具体步骤

首先按照附图 B.1 所示依次进行连接，然后预先在储液容器中注入适量纯水(测试质量尽量在天平载荷 60%左右)，并油封，放入精密电子天平中央，密闭；之后以纯水为液体介质，启动被测试微流量输出设备(此时液流出口插入废液瓶)，完全排除系统中气泡；设定微流量输出设备的测试流量值，待仪器运行完全稳定后，将仪器的液流出口插入油封以下，每隔  $\Delta t$  读取一次精密电子天平数据，连续测试 6 次，分别记为  $m_0$ 、 $m_1$ 、 $m_2$ 、……、 $m_6$ ，并做好记录；最后，计算流量输出误差和重复性。

表 1 流量输出误差实验参考表

流量设定值 $F_s$ ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )	$\Delta t^1(t_n-t_{n-1})$ (min)	$\Delta m(m_n-m_{n-1})$ (mg)
0.1	30	3
1.0	10	10
10	5	50
100	3	300
1000	1	1000

注：1)，根据流量大小选择合适的时间间隔。

上述为在线测试方法，亦可采用离线测试方法，选择 6 套合适规格的储液容器(必要时需增加配重)，平行进行测量，收集液体前后( $\Delta t$ )的质量差( $\Delta m$ )。

### 3.4 结果处理

#### 3.4.1 流量输出误差

首先按照式(1)分别计算各次记录的流量  $F_1$ 、 $F_2$ 、 $F_3$ 、……、 $F_6$ ，然后按照式(2)计算流量平均值，最后按照式(3)计算流量输出误差。

$$F_n = \frac{m_n - m_{n-1}}{\rho(t_n - t_{n-1})} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

$$\bar{F} = \frac{\sum F_n}{n} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

$$S_s = \frac{\bar{F} - F_s}{F_s} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$n$ ——测试次数

$m_{n-1}$ ——第  $n$  段初始质量，mg；

$m_n$ ——第  $n$  段结束质量，mg；

$\rho$ ——测试温度下纯水的密度(附表 A1)，mg/mL；

$t_{n-1}$ ——第  $n$  段起始时间，min；

$t_n$ ——第  $n$  段结束时间，min；

$S_s$ ——流量输出误差，%；

$F_s$ ——微流量输出设备的流量设定值， $\mu\text{L}/\text{min}$ ；

$F_n$ ——第  $n$  段流量实测平均值， $\mu\text{L}/\text{min}$ ；

$\bar{F}$ ——流量测量的算术平均值， $\mu\text{L}/\text{min}$ 。

#### 3.4.2 流量重复性

同 3.4.1，按照式(4)，计算流量  $F_1$ 、 $F_2$ 、 $F_3$ 、……、 $F_6$  的相对标准偏差，作为流量重复性。

$$\text{RSD} = \frac{1}{\bar{F}} \sqrt{\frac{\sum (F_n - \bar{F})^2}{n-1}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$F_n$ ——第  $n$  段流量实测平均值， $\mu\text{L}/\text{min}$ ；

$\bar{F}$ ——流量测量的算术平均值， $\mu\text{L}/\text{min}$ 。

RSD——相对标准偏差，%。

### 3.5 准确度和精密度

#### 3.5.1 准确度

在 0.1  $\mu\text{L}/\text{min}$ ~10  $\mu\text{L}/\text{min}$  液体流量输出范围内，方法准确度为 $\pm 20\%$ ；在 10  $\mu\text{L}/\text{min}$ ~1000  $\mu\text{L}/\text{min}$  液体流量输出范围内，方法准确度为 $\pm 5\%$ 。

#### 3.5.2 精密度

按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 的规定确定，在重复性条件和在再现性条件下，两次独立测定结果的绝对值分别不大于重复性限( $r$ )和再现性限( $R$ )，测量水平范围见表 2。

表 2 精密度实验数据表

测试项目	测量水平范围 ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )	重复性限 $r(\mu\text{L}/\text{min})$	再现性限 $R(\mu\text{L}/\text{min})$
流量	0.1~1000	$2.83 S_r$	$2.83 S_R$

## 4. 流量计法(第二法)

### 4.1 方法原理

以纯水为液体介质，将液体微流量输出设备的出口与流量计的入口连接，实时在线测量微流量，采集流量数据并绘制流量曲线，计算流量输出误差和重复性。

### 4.2 仪器设备与试剂

#### 4.2.1 流量输出设备

同 3.2.1。

#### 4.2.2 流量计及数据采集处理系统

测试 0.1  $\mu\text{L}/\text{min}$ ~10  $\mu\text{L}/\text{min}$  范围流量，分度值不大于 0.02  $\mu\text{L}/\text{min}$ ；测试 10  $\mu\text{L}/\text{min}$ ~1000  $\mu\text{L}/\text{min}$  范围流量，分度值不大于 0.1  $\mu\text{L}/\text{min}$ ；测量范围应涵盖被测试流量，且经校准(可参照附图 B.3)。具有实时流量数据采集和处理功能，采样频率不小于 1.0 Hz。

#### 4.2.3 秒表

分度值不大于 0.1 s。

#### 4.2.4 纯水

分析实验室一级水，超声脱气。

### 4.3 测试步骤

#### 4.3.1 环境条件

同 3.3.1。

#### 4.3.2 具体步骤

首先按照附图 B.2 示意图依次连接管路出入接口，流量计连接流量数据采集与处理系统；然后以纯水为液体介质，启动流量输出设备，完全排除测试系统中气泡；启动流量数据采集系统，设定采样频率(1.0 Hz)等相关参数，设定流量为零，启动流量数据监测功能，自动归零；之后设定微流量输出设备的测试流量值，待仪器运行完全稳定后，启动流量数据采集功能，连续采集 30 min，实时记录数据并描绘流量曲线，并保存；最后，计算流量输出误差和重复性。

### 4.4 结果处理

#### 4.4.1 流量输出误差

首先计算各次记录的流量曲线的 0→3 min、3→6 min、6→9 min、……、27→30 min 时间段内的流量平均值，分别记为  $F_1$ 、 $F_2$ 、 $F_3$ 、……、 $F_{10}$ ，然后按照式(2)计算流量平均值的平均值，最后按照式(3)计算流量输出误差。

#### 4.4.2 流量重复性

同 3.4.2。

### 4.5 准确度与精密度

#### 4.5.1 准确度

在 0.1  $\mu\text{L}/\text{min}$ ~10  $\mu\text{L}/\text{min}$  液体流量输出范围内，方法准确度为 $\pm 10\%$ ；在 10  $\mu\text{L}/\text{min}$ ~1000  $\mu\text{L}/\text{min}$  液体流量输出范围内，方法准确度为 $\pm 2.5\%$ 。

#### 4.5.2 精密度

同 3.5.2, 按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 的规定确定, 在重复性条件和在再现性条件下, 两次独立测定结果的绝对值分别不大于重复性限( $r$ )和再现性限( $R$ ), 测量水平范围见表 2。

## 附录 A

### 基本信息

#### (资料性附录)

#### A.1 纯水密度表

表 A.1 纯水密度表

温度 ( $T$ , °C)	密度 ( $\rho$ , mg/mL)	温度 ( $T$ , °C)	密度 ( $\rho$ , mg/mL)
15	999.098	23	997.535
16	998.941	24	997.293
17	998.772	25	997.041
18	998.593	26	996.780
19	998.402	27	996.510
20	998.201	28	996.230
21	997.989	29	995.941
22	997.767	30	995.644

#### A.2 重复性限和再现性限的计算方法

由 6 个实验室分别对 5 个水平流量的精密微量注射泵、高效液相色谱输液泵(分流)和超高压微纳液相色谱输液泵 3 种流量输出设备进行测定, 每个水平的流量按照 GB/T 6379.1 规定的重复性条件测试 11 次, 对各个实验室的数据按照 GB/T 6379.2 进行统计分析。

重复性限  $r$  的计算方法见式 (A.1):

$$r=2.83 \times S_r \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$S_r$ ——重复性条件下所得测量结果的标准差。

再现性限  $R$  的计算方法见式 (A.2):

$$R=2.83 \times S_R \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$S_R$ ——再现性条件下所得测量结果的标准差。

## 附录 B 测量、校准装置连接示意图 (资料性附录)

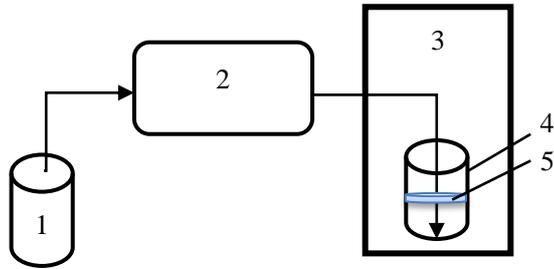


图 B.1 微流量测量装置连接示意图(第一法)

1, 纯水储液瓶 2, 流量输出设备 3, 精密电子天平 4, 烧杯 5, 油封。

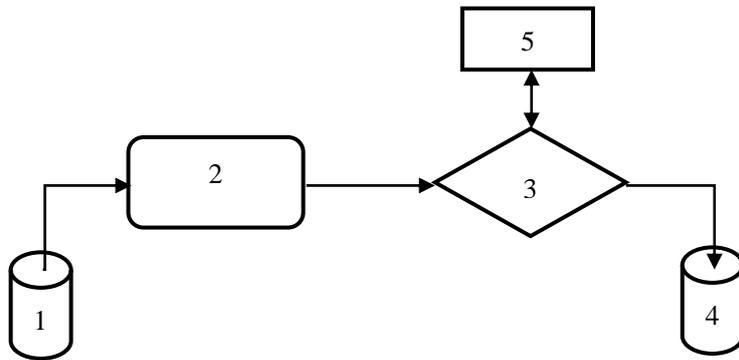


图 B.2 微流量测量装置连接示意图(第二法)

1, 纯水储液瓶 2, 流量输出设备 3, 流量计 4, 废液瓶 5, 数据采集与处理系统。

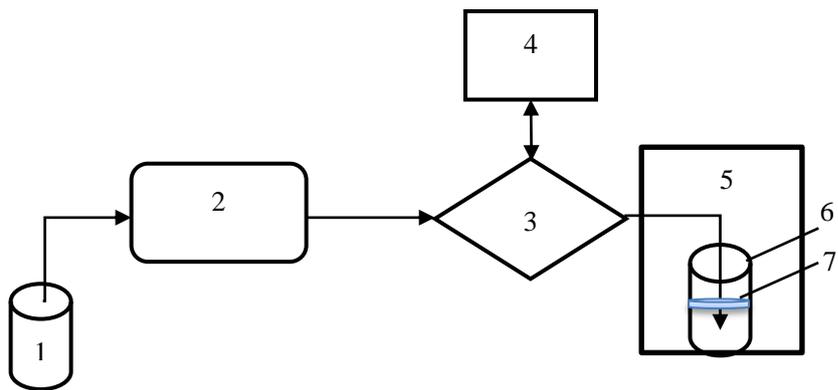


图 B.3 流量计校准装置连接示意图

1, 纯水储液瓶 2, 流量输出仪器设备 3, 流量计 4, 数据采集与处理系统 5, 精密电子天平 6, 烧杯 7, 油封。

## 附录 C

### 流量曲线示例

#### (资料性附录)



图 C.1 流量曲线示例一 (50  $\mu\text{L}/\text{min}$ )

(a), 流量计采集曲线 (b), 质量法测试结果

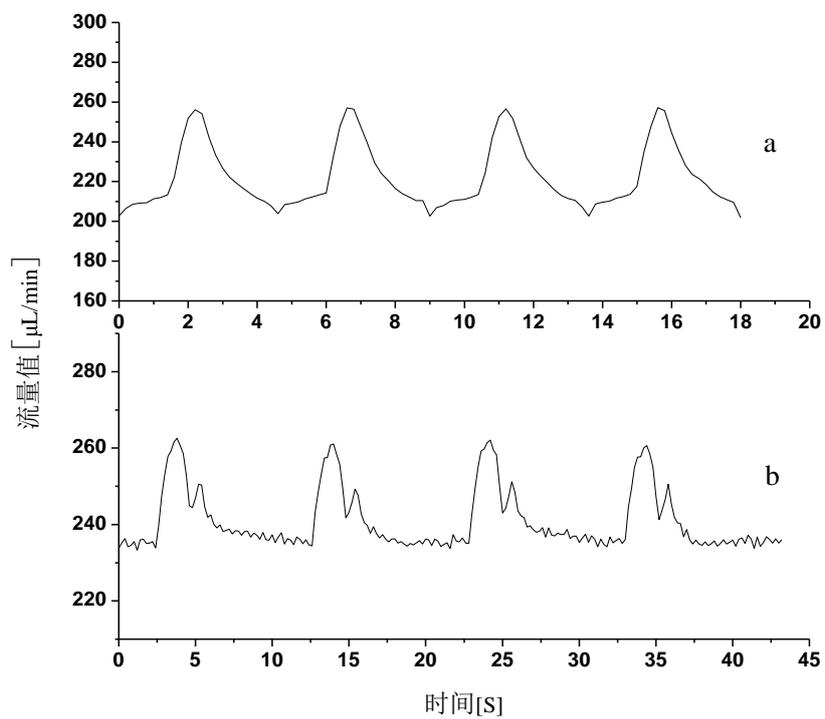


图 C.2 流量曲线示例二 (200  $\mu\text{L}/\text{min}$ )

(a), 串联往复输液泵 (b), 并联往复输液泵

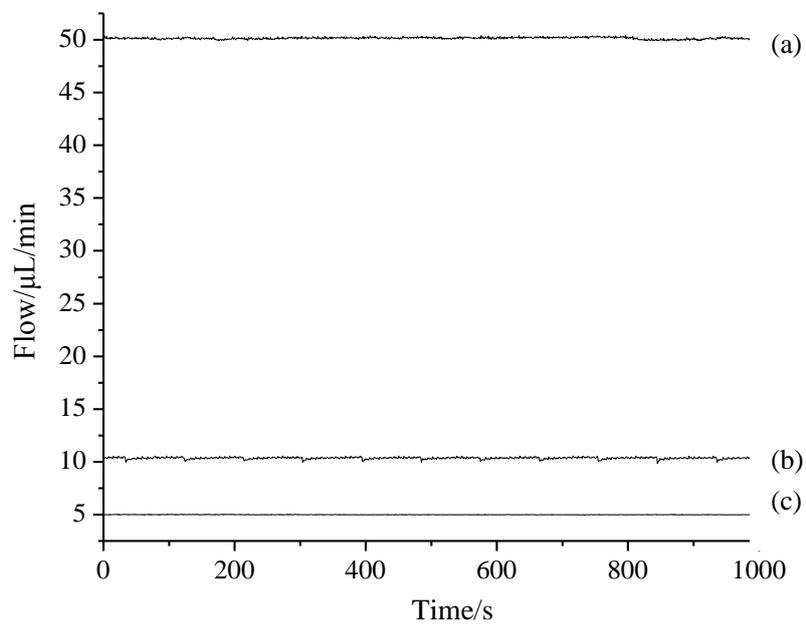


图 C.3 流量曲线示例三

(a), 50  $\mu\text{L}/\text{min}$  (b), 10  $\mu\text{L}/\text{min}$  (c), 5  $\mu\text{L}/\text{min}$

## 附录 D

### 重复性限和再现性限示例

#### (资料性附录)

表 D.1 第一法(质量法)重复性限和再现性限

流量输出设备	流量( $\mu\text{L}/\text{min}$ )	重复性限 r	再现性限 R
精密微量注射泵	0.1	0.036	0.293
	1.0	0.081	0.495
	10	0.150	0.874
	100	1.931	4.669
	1000	12.706	45.235
高效液相色谱 输液泵	100	7.627	23.823
	1000	12.518	39.935
超高压微纳液相色谱 输液泵	0.3	0.047	0.145
	1.0	0.073	0.440
	10	0.165	0.846

表 D.2 第二法(流量计法)重复性限和再现性限

流量输出设备	流量( $\mu\text{L}/\text{min}$ )	重复性限 r	再现性限 R
精密微量注射泵	0.1	0.032	0.272
	1.0	0.085	0.455
	10	0.520	0.844
	100	7.649	38.659
	1000	12.175	45.232
高效液相色谱 输液泵	100	10.073	33.671
	1000	15.956	78.324
超高压微纳液相色谱 输液泵	0.3	0.040	0.162
	1.0	0.080	0.262
	10	0.187	0.478