



陕西省地方计量技术规范

JJF (陕) XX—XXXX

脆碎度测试仪校准规范

Calibration Specification for Friability Tester

(报批稿)

2019—XX—XX 发布

2019—XX—XX 实施

陕西省市场监督管理局 发布

脆碎度测试仪校准规范

Calibration Specification of
Friability Tester

JJF(陕)XX-XXXX

归口单位：陕西省市场监督管理局

主要起草单位：西安计量技术研究院

参加起草单位：天津市天大天发科技有限公司

本规范由陕西省市场监督管理局负责解释

本规范主要起草人：

孙培强（西安计量技术研究院）

郭 建（西安计量技术研究院）

黄炯力（西安计量技术研究院）

参加起草人：

张 娟（西安计量技术研究院）

王 凯（西安计量技术研究院）

李 程（天津市天大天发科技有限公司）

目 录

引 言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
3.1 脆碎度测试仪	(1)
3.2 转速示值变动性	(1)
3.3 计量单位	(1)
4 概述	(1)
4.1 用途和原理	(1)
4.2 结构	(2)
5 计量特性	(2)
5.1 转速示值误差	(2)
5.2 转速示值变动性	(2)
5.3 计时误差	(2)
5.4 最大转数计数误差	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 标准器	(2)
7 校准项目和校准方法	(2)
7.1 校准项目	(2)
7.2 校准方法	(2)
8 校准结果表达	(4)
9 复校时间间隔	(4)
附录 A 脆碎度测试仪校准记录格式	(5)
附录 B 脆碎度测试仪校准证书内页格式	(6)
附录 C 推荐的校准证书内容	(7)
附录 D 脆碎度测试仪转速示值误差不确定度评定	(8)
附录 E 脆碎度测试仪计时误差不确定度评定	(12)

引 言

本规范是针对脆碎度测试仪的校准制定的计量技术规范。本规范的编写是以JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1156-2006《振动 冲击 转速计量术语及定义》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、JJG 105-2000《转速表》、JB/T 20105-2007《脆碎度检查仪》、中华人民共和国药典（2015版）为基础和依据新制定的计量技术规范。

本规范为首次发布。

脆碎度测试仪校准规范

1 范围

本规范适用于各类脆碎度测试仪的校准，规定了脆碎度测试仪的计量特性、校准条件、校准方法、校准结果处理等。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJG 105-2000 转速表

JJF 1001-2011 通用计量术语及定义

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则

JJF 1156-2006 振动 冲击 转速计量术语及定义

中华人民共和国药典（2015版）

JB/T 20105-2007 脆碎度检查仪

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规则；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规则。

3 术语和计量单位

3.1 脆碎度测试仪 friability tester

利用机械性能使非包衣片承受挤压、碰撞等模拟操作来检测片剂物理性能的仪器。

3.2 转速示值变动性 indication variation of rotation

在脆碎度测试仪标称转速下，对其转速进行多次重复测量，标准转速表示值变化的最大差值与指定值之比。

3.3 计量单位

采用的计量单位有：转/分（r/min）、秒（s）、毫米（mm）。

4 概述

4.1 用途和原理

脆碎度测试仪是参照我国现行药典标准和国际上片剂的检测发展趋势，在规定的转速、转数、时间等条件下，利用机械性能使非包衣片承受挤压、碰撞等模拟操作，对片剂进行脆碎度检验的一种仪器。

4.2 结构

测试仪主要由电动机、转轴及圆筒（鼓轮）组成，其结构应满足在其进行校准和使用过程中的安全、可靠，不得存在对操作人员及被测仪器造成危害、危险的元器件。

5 计量特性

5.1 转速示值误差： $\pm 4\%$

5.2 转速示值变动性： $\leq 4\%$

5.3 计时误差： $\pm 2\text{s}/4\text{min}$

5.4 最大转数计数误差： ± 1 转

注：以上指标不用于合格性判别，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

环境温度： $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$ ，相对湿度： $\leq 85\%$ 。

6.2 标准器

校准脆碎度测试仪所使用的标准器（见表1）。

表1 标准器

仪器名称	测量范围	技术要求
转速表	量程满足 $(20 \sim 200) \text{ r/min}$ ，分辨力优于 0.1 r/min	准确度等级优于 0.5 级
电子秒表	量程： $(0 \sim 24) \text{ h}$ ，分辨力 0.01s	最大允许误差： $\pm 0.07\text{s}/10\text{min}$

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

校准项目（见表2）。

表2 校准项目一览表

序号	校准项目	备注
1	转速示值误差	须进行不确定度评定
2	转速示值变动性	不确定度可以不评定
3	计时误差	须进行不确定度评定
4	最大转速计数误差	不确定度可以不评定

7.2 校准方法

7.2.1 校准前的检查

用目测、手动及通电等方法进行检查，测试仪的外壳和鼓轮应光滑、平整，无明显划痕，鼓轮内外壁应清洁干净。各控制开关工作正常，仪器运转应无异常震动和声音。

7.2.2 转速示值误差

开启脆碎度测试仪，设置转速值为 25r/min（或客户指定的转速值），设定运行 4min，每隔 1min 中读取一次转速表示值，共读取 3 次。转速示值误差计算公式如下：

$$\omega = \frac{n_0 - \bar{n}}{\bar{n}} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

ω ——转速示值误差；

n_0 ——脆碎度测试仪标称转速，r/min；

$\bar{n}$ ——转速表 3 次测量的平均值，r/min。

7.2.3 转速示值变动性

转速示值变动性校准和转速示值误差校准同时进行，转速表 3 次示值中转速最大值 $n_{\max}$ 与转速最小值 $n_{\min}$ 之差与平均值 $\bar{n}$ 之比作为转速示值变动值。计算公式如下：

$$b = \frac{n_{\max} - n_{\min}}{\bar{n}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

b ——转速示值相对误差；

$n_{\max}$ ——转速表示值最大值，r/min；

$n_{\min}$ ——转速表示值最小值，r/min；

$\bar{n}$ ——转速测量平均值，r/min。

7.2.4 计时误差

设定脆碎度测试仪运行时间为 4min（或客户指定的时间），开启测试仪，同时用电子秒表开始计时。脆碎度测试仪运行结束时，读取电子秒表示值，重复测量 3 次。计时误差 ΔT 计算公式如下：

$$\Delta T = T_0 - \bar{T} \quad (3)$$

式中：

ΔT ——测试仪计时误差；

T_0 ——测试仪设定的运行时间；

$\bar{T}$ ——电子秒表 3 次测量的平均值。

7.2.5 最大转数计数误差

在转速为 25 r/min 时,脆碎度测试仪设定运行 4min 或设定运行 100 转,启动测试仪后,用转速表计数功能或人工计数方式重复计数三次,最大转数计数误差不得大于 1 转。

8 校准结果表达

经校准的脆碎度测试仪出具校准证书,校准记录格式和校准证书内页格式见附录。

9 复校时间间隔

建议复校时间间隔为1年。由于脆碎度测试仪复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的,因此,送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

脆碎度测试仪校准记录格式

客户名称_____证书编号_____

器具名称_____校准依据_____JJF(陕)XX—XXXX 脆碎度测试仪

型号/规格_____出厂编号_____生产厂家_____

标准器名称_____测量范围_____出厂编号_____准确度等级_____

校准地点_____环境温度_____℃ 相对湿度: _____%

1、转速示值误差和转速示值变动性

设定 转速 r/min	实测转速值/ (r/min)				转速示值 变动性/%	转速示值 误差/%	扩展不确定度 U /%, $k=2$
	1	2	3	平均转速			

2、计时误差

次数 设定时间	1	2	3	平均值	计时误差	扩展不确定度 U , $k=2$

3、最大转数计数误差

次数 设定转数	1	2	3	最大转数计数误差

校准员: _____ 核验员: _____ 校准日期: _____ 年____月____日

附录 B

脆碎度测试仪校准证书内页格式

校准项目	校准结果	扩展不确定度 U , $k=2$
转速示值误差		
转速示值变动性		
计时误差		
最大转数计数误差		

此页以下空白

附录 C

推荐的校准证书内容

校准证书的内容应排列有序，格式清晰，至少应包括以下内容：

- a) 标题：校准证书；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接受日期。
- h) 如果与校准结果的有效性应该有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；
- i) 校准所依据的技术规范标识，包括名称及代号；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性和有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范的偏离的说明；
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- 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。

附录 D

脆碎度测试仪转速示值误差评定

D.1 概述

D.1.1 测量依据：本校准规范

D.1.2 环境条件：温度 21℃，相对湿度 48%。

D.1.3 测量标准：转速表

测量范围：(20~50000) r/min

分度值：0.1r/min

准确度等级：0.1 级

D.1.4 被测对象：脆碎度测试仪转速部分

D.1.5 测量过程：采用直接测量法

通过转速表测量脆碎度测试仪鼓轮转速，开启脆碎度测试仪，脆碎度测试仪在分别在转速 25r/min 和 50r/min 下运转，设定运行 4min，每隔 1min 中读取一次转速表示值，重复测量 3 次。

D.2 数学模型

$$\omega = \frac{n_0 - \bar{n}}{\bar{n}} \quad (1)$$

式中：

ω ——转速示值相对误差；

n_0 ——脆碎度测试仪标称转速，r/min；

$\bar{n}$ ——转速表 3 次测量的平均值，r/min。

D.3 标准不确定度的评定

D.3.1 转速表引入的标准不确定度 u_1 。

校准脆碎度测试仪转速所使用的标准装置为转速表，转速表准确度等级为 0.1 级，其引入的不确定度分量（见表 D.1）。

表 D.1 转速表引入的标准不确定度

设定转速值 n_0	转速表的最大允许误差绝对值	包含因子 k	u_1
25 r/min	0.025 r/min	$\sqrt{3}$	0.01443 r/min
50 r/min	0.05 r/min	$\sqrt{3}$	0.02887 r/min

D.3.2 脆碎度测试仪转速重复性引入的标准不确定度 u_2 。

脆碎度测试仪在分别转速 25r/min 和 50r/min 下运转，设定运行 4min，每隔 1min 中读取一次转速表示值，重复测量 3 次，得到 2 组校准数据（见表 D.2）。

表 D.2 脆碎度测试仪转速重复性测得值 r/min

设定转速值 n_0	实测值			平均值	极差	u_2
	n_1	n_2	n_3			
25	25.3	25.1	24.9	25.1	0.4	0.13665
50	50.6	50.0	50.3	50.3	0.6	0.20498

由于校准次数为 3 次，故采用极差法计算此不确定度分量，单次测得值的实验标准差 s 计算公式如下：

$$s = \frac{R}{C} \quad (2)$$

式中：

s ——单次测得值的实验标准差，r/min；

R ——极差，r/min；

C ——极差系数，查表得 3 次测量的极差系数 $C=1.69$ 。

3 次测量平均值引入的标准不确定度 u_2 ：

$$u_2 = \frac{s}{\sqrt{3}} \quad (3)$$

D.3.3 转速表分辨力引入的标准不确定度 u_3 。

转速表的分辨力为 0.1 r/min，假设其符合均匀分布，其引入的不确定分量如下式：

$$u_3 = \frac{0.1\text{r/min}}{2 \times \sqrt{3}} = 0.02887\text{r/min} \quad (4)$$

D.4 标准不确定度一览表

表 D.3 标准不确定度一览表

序号	标准不确定度来源	标准不确定度
1	转速表引入的标准不确定度 u_1	25r/min: 0.01443 r/min
		50r/min: 0.02887 r/min
2	测试仪转速重复性引入的 标准不确定度 u_2	25r/min: 0.13665 r/min
		50r/min: 0.20498 r/min
3	转速表分辨力引入的 标准不确定度 u_3	25r/min: 0.02887 r/min
		50r/min: 0.02887 r/min

D.5 合成标准不确定度的评定

转速为 25r/min 时: $u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} = 0.141\text{r/min}$

转速为 50r/min 时: $u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} = 0.209\text{r/min}$

D.6 扩展不确定度的评定

取 $k=2$ ，则扩展不确定度为：

转速为 25r/min 时: $U = k \times u_c = 2 \times 0.141\text{r/min} = 0.282\text{r/min}$

转速为 50r/min 时: $U = k \times u_c = 2 \times 0.209\text{r/min} = 0.418\text{r/min}$

转速示值相对误差的扩展不确定度：

$$\text{转速为 } 25\text{r/min} \text{ 时: } U_{rel} = \frac{U}{n} = \frac{0.282\text{r/min}}{25.16\text{r/min}} = 1.12\%$$

$$\text{转速为 } 50\text{r/min} \text{ 时: } U_{rel} = \frac{U}{n} = \frac{0.418\text{r/min}}{50.24\text{r/min}} = 0.83\%$$

D.7 测量不确定度报告与表示

转速示值为 25r/min 时: 转速示值误差 $\omega = -0.40\%$; $U = 1.12\%$, $k = 2$ 。

转速示值为 50r/min 时: 转速示值误差 $\omega = -0.60\%$; $U = 0.83\%$, $k = 2$ 。

附录 E

脆碎度测试仪计时误差不确定度评定

E.1 概述

E.1.1 测量依据：本校准规范

E.1.2 环境条件：温度 21℃，相对湿度 48%。

E.1.3 测量标准：电子秒表

测量范围：(0~24) h，分辨力：0.01s，最大允许误差：±0.07s/10min。

E.1.4 被测对象：脆碎度测试仪计时部分

E.1.5 测量过程：采用直接测量法

设定测试仪运行时间为 4min（或客户指定的时间），开启脆碎度测试仪，同时用电子秒表开始计时，脆碎度测试仪运行结束时，读取电子秒表示值，重复测量 3 次。

E.2 数学模型

$$\Delta T = T_0 - \bar{T} \quad (1)$$

式中：

ΔT ——测试仪计时误差；

T_0 ——仪器设定的运行时间；

$\bar{T}$ ——电子秒表 3 次测量的平均值。

E.3 标准不确定度的评定

E.3.1 电子秒表引入的标准不确定度 u_1 。

校准测试仪计时误差所使用的标准装置为电子秒表，查询 JJG 237-2010《秒表》国家计量检定规程 5.1.2 条款，得知合格的电子秒表在 10min 内最大允许误差为±0.07s，其引入的不确定度分量（见表 E.1）。

表 E.1 电子秒表引入的标准不确定度

设定时间 T_0	电子秒表的最大允许 误差绝对值	包含因子 k	u_1
4min	0.07s	$\sqrt{3}$	0.0404s

E.3.2 脆碎度测试仪计时重复性引入的标准不确定度 u_2 。

设定测试仪运行时间为 4min（或客户指定的时间），开启脆碎度测试仪，同时用电子秒表开始计时，脆碎度测试仪运行结束时，读取电子秒表示值，重复测量 3 次，得到一组校准数据（见表 E.2）：

表 E.2 脆碎度测试仪计时重复性示值

设定时间 T_0	实测值			平均值	极差	u_2
	T_1	T_2	T_3			
4min	3min59.85s	3min59.44s	3min59.32s	3min59.54s	0.53s	0.18106s

由于校准次数为 3 次，故采用极差法计算此不确定度分量，单次测得值的实验标准差 s 计算公式如下：

$$s = \frac{R}{C} \quad (2)$$

式中：

s ——单次测得值的实验标准差，s；

R ——极差，s；

C ——极差系数，查表得 3 次测量的极差系数 $C=1.69$ 。

3 次测量平均值引入的标准不确定度 u_2 ：

$$u_2 = \frac{s}{\sqrt{3}} \quad (3)$$

E.3.3 电子秒表分辨力引入的标准不确定度 u_3 。

电子秒表的分辨力为 0.01s，假设其符合均匀分布，其引入的不确定分量如下式：

$$u_3 = \frac{0.01s}{2 \times \sqrt{3}} = 0.00289s \quad (4)$$

E.4 标准不确定度一览表

表 E.3 标准不确定度一览表

序号	标准不确定度来源	标准不确定度
1	电子秒表引入的标准不确定度 u_1	0.0404s
2	计时重复性引入的标准不确定度 u_2	0.18106s
3	电子秒表分辨力引入的标准不确定度 u_3	0.00289s

E.5 合成标准不确定度的评定

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} = 0.186s$$

E.6 扩展不确定度的评定

取 $k=2$ ，则扩展不确定度为：

$$U = k \times u_c = 2 \times 0.186s = 0.372s$$

E.7 测量不确定度报告与表示

$$\Delta T = +0.46s; \quad U=0.37s, \quad k=2。$$

