

JJF(陕) XX-XXXX 脆碎度测试仪校准规范

编写说明

规程起草组

2018 年 12 月

JJF（陕）XX-XXXX 脆碎度测试仪校准规范

编写说明

一、任务来源

根据《关于同意制定人体秤等地方计量检定规程/校准规范的批复》（陕质监量〔2018〕27号）文件要求，由西安计量技术研究院作为主要起草单位起草《脆碎度测试仪计量校准规范》。

二、规程制订的必要性

随着我国医药领域的迅速发展，在药品检验检测中，片剂药品生产、运输过程中不可避免地会受到震动或摩擦作用，这些因素可能造成片剂的破损，影响应用。片剂脆碎度是反映片剂抗震耐磨能力的指标，一般使用脆碎度测试仪进行测定。脆碎度测试仪在片剂药品生产企业使用的数量越来越多，其作用也是非常重要，但是国内此类仪器设备的生产厂家良莠不齐，此规范的出台对于规范脆碎度测试仪的生产和销售具有一定的意义。

脆碎度测试仪的生产和使用经历了长期发展，其示值的准确性以及相应功能的符合程度对其作为计量器具的使用会产生重大影响。目前国家尚无脆碎度测试仪校准规范，致使不同的机构、单位对脆碎度测试仪校准依据、校准方法等存在着不同差异。为了更好地指导陕西省内脆碎度测试仪计量行业的技术能力提升和质量水平提高，同时也为了进一步规范省内脆碎度测试仪校准市场，满足依法管理计量器具的要求，保障陕西省计量单位制的统一和量值的准确可靠，因此制定脆碎度测试仪校准规范非常必需，能有效地解决脆碎度测试仪无校准依据的技术难题，为质量技术监督部门、认可校准机构和脆碎度测试仪生产单位、使用单位实施计量管理提供技术支撑。

基于以上考虑，编写 JJF（陕）XX-XXXX《脆碎度测试仪校准规范》非常必要。

三、规程起草过程

1. 2018年6月组成规范起草组，并召开了首次起草组会议，就规范包含的内容、主要技术指标等问题进行了讨论，确定规范起草的主导思想和起草原则，对起草组人员的工作进行了分配。

2. 2018年7月至2018年8月，对制定规范的技术指标及拟使用的方法进行现场验证。到陕西省内脆碎度测试仪使用单位进行测试试验，选取有代表性的脆碎度测试仪

品牌，分类型进行测试试验，收集试验数据及相关技术材料，

3. 2018年9月，规范起草组参考相关规程规范，以及国家、行业标准，利用我院积累的脆碎度测试仪校准数据和经验，确定规范中的重要技术条款，最终形成了脆碎度测试仪校准规范初稿，同时撰写了校准规范编写说明、试验报告、误差分析及不确定度评定等有关内容。

4. 2018年10月，规范起草组赴天津调研，与脆碎度测试仪行业起草单位进行技术论证，到生产厂家进行实地调研及现场实验，收集了大量实验数据，对脆碎度测试仪初稿进行了小范围的调整，修改了规范相应条款的实验内容及技术要求，形成校准规范征求意见稿。

5. 2018年11月，以电子邮件形式发出征求意见稿，向相关技术专家及生产、使用单位广泛征求意见并组织讨论。

6. 2018年12月26日，省局组织陕西省地方检定规程/校准规范审定专家组对脆碎度测试仪校准规范进行评审。

7. 2018年12月27日至2019年1月10日，按照审定专家组意见对脆碎度测试仪校准规范进行修改，形成报批稿。

四、规范制订的主要技术依据

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

五、规范制定的原则

根据脆碎度测试仪的特点、用途和校准的目的所制定的地方校准规范，应尽量做到：

1. 结合国内现状，参考转速专业相关规程、规范以及制药机械行业标准；
2. 体现目前技术的先进性；
3. 实际工作中的可操作性和可行性。
4. 适用范围应按照校准实际需要规定，力求完整。例如对脆碎度测试仪的生产、

使用部门也有一定的指导作用。

六、规范的适用范围

本规范适用于脆碎度测试仪的校准。

七、规范的术语和计量单位

引用了 JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JB/T 20105-2007《脆碎度测试仪》以及 JJG 105-2000《转速表》等规程规范的相关内容，给出了《脆碎度测试仪校准规范》的规范术语和计量单位。

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。

2. 转速示值变动性 indication variation of rotation

在脆碎度测试仪标称转速不作任何改变的情况下，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转速表平均示值之比。

3. 计量单位

采用的计量单位有：转/分（r/min）、秒（s）、毫米（mm）。

八、规范的计量特性

本规范主要参考JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1059.1-2012《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》、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）的相关内容进行制定，所以本规范依据制药机械行业标准并结合我国实际情况规定了脆碎度测试仪的计量特性，给出了脆碎度测试仪校准的基本参数的要求。

1. 转速示值误差：±4%

2. 转速示值变动性：≤4%

3. 计时误差：±2s/4min

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。

九、规范的技术内容

1. 《脆碎度测试仪校准规范》按照 JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》要求编写，技术要求包括结构要求和计量性能要求。

2. 校准环境温度（20±10）℃，相对湿度：≤85%。

3. 校准脆碎度测试仪的标准设备

仪器名称	测量范围	技术要求
转速表	满足（10~200）r/min，分度值优于 0.1 r/min	精度优于 0.5 级
电子秒表	量程：（0~24）h，分辨力 0.01s	最大允许误差： ±0.07s/10min

4. 根据技术要求及计量特性确定校准方法和校准项目。

校准方法的确定参考制药机械行业标准 JB/T 20105-2007《脆碎度测试仪》和 JJG 105-2000《转速表》，同时部分内容也依据了脆碎度测试仪生产厂家出厂检验有关检验方法的要求。

5. 误差的计算

（1）转速示值误差计算

$$\omega = \frac{n_0 - \bar{n}}{\bar{n}} \times 100\%$$

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。

（2）转速示值变动性计算

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

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。

（3）计时误差计算

$$\Delta T = T_0 - \bar{T}$$

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。

(4) 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。

6. 根据 JJF1139-2005《计量器具检定周期确定原则和方法》本规范推荐复校时间间隔为 1 年。但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。

7. 根据 JJF1071-2010《国家计量校准规程编写规则》的要求，在附录中对校准证书、校准记录的书写、内容排序做出了推荐性的格式。根据 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》给出了脆碎度测试仪转速示值误差和计时误差测量结果不确定度的评定报告。