陕 西 省 地 方 计 量 技 术 规 范

JJF（陕）XXX－2021

片剂硬度仪校准规范

Calibration Specification for Tablet Hardness Tester

（报批稿）

2021－XX－XX 发布　　2021－XX－XX 实施

陕 西 省 市 场 监 督 管 理 局 发布

片剂硬度仪校准规范

Calibration Specification for Tablet Hardness Tester

JJF（陕）XXX－2021

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

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：

任志刚（西安计量技术研究院）

孙培强（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：

吴　薇（西安计量技术研究院）

刘会婷（西安计量技术研究院）

王　凯（西安计量技术研究院）

田丽华（西安计量技术研究院）

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　片剂硬度.....（1）
3.2　计量单位.....（1）
4　概述.....（1）
5　计量特性.....（2）
6　校准条件.....（2）
6.1　环境条件.....（2）
6.2　测量标准及其他设备.....（2）
7　校准项目和校准方法.....（2）
7.1　硬度仪的示值误差.....（2）
7.1.1　示值误差校准的方法.....（2）
7.1.2　示值误差校准的程序.....（3）
7.2　硬度仪的示值重复性.....（3）
8　校准结果表达.....（3）
9　复校时间间隔.....（3）
附录 A 片剂硬度仪校准记录格式.....（4）
附录 B 校准证书内容及内页格式.....（5）
附录 C 片剂硬度仪示值误差的测量不确定度评定.....（7）

引　言

本规范依据 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 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》等基础性系列规范文件进行制定。

本规范为首次发布。

片剂硬度仪校准规范

1　范围

本规范适用于各类片剂硬度仪的校准。

2　引用文件

本规范引用下列文献：

JJG 455-2000　工作测力仪

JB/T 20104-2007　片剂硬度仪

使用本规范时，仅注日期的版本适用于本规范。

3　术语和计量单位

3.1　片剂硬度　tablet hardness

采用机械动力对片剂施以挤压直至破碎，片剂承受的最大力值。

3.2　计量单位

采用的计量单位：牛[顿]（N）。

4　概述

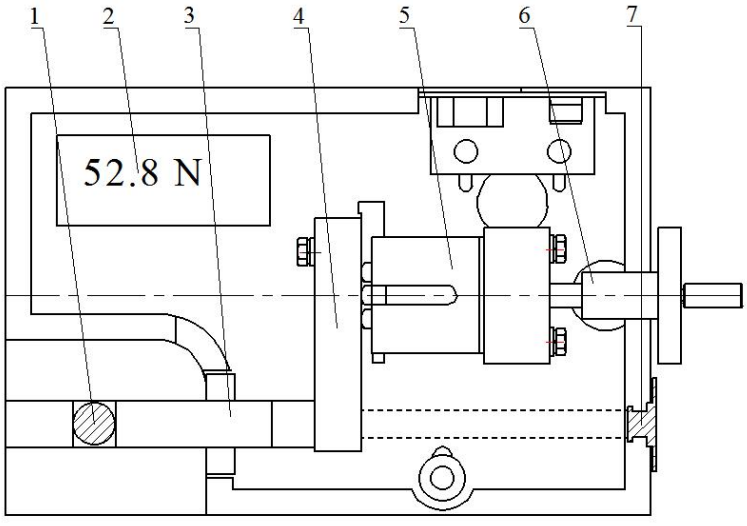


图 1　片剂硬度仪结构示意图

1—药片；2—显示屏；3—压头；4—力传感器；5—传动机构；6—驱动电机；7—外部校准接口

片剂硬度仪是医药行业用来检测片剂硬度的仪器，能对药品质量的提高起到积极的促进作用。片剂硬度过低，不易成型且不耐磨损；片剂硬度过高，影响片剂的崩解度和释放度。因此，在片剂的生产过程中要对片剂硬度加以控制。

工作原理为：将片剂放入待检区域，按下硬度测试按钮，驱动电机通过传动结构使压头缓慢匀速前进，直到触碰待测片剂，开始加压直至片剂出现破碎，力传感器记录片剂破碎前所承受的最大力值并将其呈现在显示屏上，驱动电机停止加压并带动压头快速回到初始位置。常见的结构示意图见图1。

5　计量特性

示值误差δ：±2%

重复性 *RSD*：≤1%

注：以上计量特性不用于合格性判别，仅供参考。

6　校准条件

6.1　环境条件

环境温度为（20±10）℃，相对湿度不大于70%。标准器应和片剂硬度仪在室内达到温度平衡，周围无明显振动，无腐蚀性气体。

6.2　测量标准及其他设备

根据片剂硬度仪的规格和量程选用相应量程的力值砝码、标准测力仪，标准测力杠杆等作为校准片剂硬度仪的力标准器，标准器的最大允许误差不超过±0.5%。

7　校准项目和校准方法

片剂硬度仪应放置在稳固的平台上，仪器的外壳应光滑、平整，无明显划痕，按键功能正常，屏幕显示应完整清晰，加载系统能够正常运转。硬度仪工作时压头处应有保护装置，且工作可靠。硬度仪超出力值测量范围时，应有过载保护系统。

7.1　硬度仪的示值误差

7.1.1　示值误差校准的方法

（1）标准测力仪或标准测力杠杆进行校准

选择合适量程的标准测力仪或标准测力杠杆，加载在硬度仪受力方向上，按校准点逐级加载力值进行校准。

（2）力值砝码在外校口进行校准

对于有外部校准接口的硬度仪，可将硬度仪转动方向，使外部校准连杆处于垂直向下的方位，按校准点逐级加载力值砝码进行校准。

（3）拆卸传感器进行校准

没有外部校准连杆的硬度仪，可将硬度仪的力传感器拆下来，垂直放置在水平的台面上，按校准点逐级加载力值砝码进行校准。

7.1.2　示值误差校准的程序

测量下限为校准起始点，其校准点间隔一般取测量上限的 20%。在各测量范围内，测力仪至少校准 5 个点，各点应大致均匀分布，一般为校准测量上限的 20%，40%，60%，80%，100%等 5 个点。选好点位后逐步施加标准力值，每个点测量 6 次，取 6 次测量值的算术平均值作为片剂硬度仪在该点的测量结果，硬度仪的示值误差计算见式（1）。

$$\delta = \frac{\overline{F} - F}{F} \times 100\% \qquad (1)$$

式中：

δ——示值误差，%；

F——标准力值，N；

$\overline{F}$——在标准力 F 作用下，硬度仪 6 次测量值的算术平均值，N。

7.2　硬度仪的示值重复性

硬度仪的示值重复性用相对标准偏差进行表示，硬度仪的示值重复性与示值误差校准同时进行，选择同一组测量数据，相对标准偏差计算方法见式（2）。

$$RSD = \frac{\sqrt{\dfrac{\sum_{i=1}^{n}(F_i - \overline{F})^2}{n-1}}}{\overline{F}} \times 100\% \qquad (2)$$

式中：

RSD——相对标准偏差，%；

F_i——在标准力 F 作用下，第 i 次测量的硬度值，N。

8　校准结果表达

经校准的分析仪发给校准证书，校准结果应在校准证书上反映。校准证书内容及内页格式（参考）见附录B。

9　复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过 12 个月。

由于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

片剂硬度仪校准记录格式（推荐）

客户名称_____证书编号_____

器具名称_____校准依据_____JJF（陕）XXX－2021 片剂硬度仪_____

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_____最大允许误差_____

校准地点_____ 环境温度_____℃ 相对湿度：_____%

1、外观检查：

2、测量数据

测量数据 单位：N

标准力值	F_1	F_2	F_3	F_4	F_5	F_6	$\overline{F}$	RSD	δ	U_{rel}，k=2

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

附录 B

校准证书内容及内页格式

B.1　**校准证书应至少包括以下信息：**

a）标题：“校准证书”；

b）实验室的名称和地址；

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）送校单位的名称；

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收日期；

h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，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的标识，包括名称及代号；

j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；

k) 校准环境的描述；

l) 校准结果及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）校准结果仅对校准对象有效的声明；

p）未经校准实验室书面批准，不得部分复制校准证书的声明。

B.2　推荐的校准证书内页格式见表B.1

表 B.1　校准证书内页格式

校准点	示值重复性*RSD*	示值误差 δ	示值误差的扩展 不确定度U_{rel}，k=2

附录 C

片剂硬度仪示值误差的测量不确定度评定

C.1 概述

C.1.1 测量依据：本校准规范

C.1.2 环境条件：温度 25.5 ℃，相对湿度 56.5%。

C.1.3 测量标准：力值砝码　　力值范围：（2～612）N　最大允许误差：±0.5%

C.1.4 被测对象：片剂硬度仪　　型号 YD-II　　测量范围：（0～200）N　　分度值：0.1 N

C.1.5 测量过程：

此设备有外部校准连杆，将硬度仪转动方向，使外部校准连杆处于垂直向下的方位，用力值砝码挂载的方式进行校准。

C.2 数学模型

$$\Delta = \overline{F} - F \qquad (1)$$

式中：

Δ——示值绝对误差，N；

F——标准力值，N；

$\overline{F}$——在标准力 F 作用下，硬度仪 6 次测量值的算术平均值，N。

C.3 标准不确定度的评定

C.3.1 力值砝码引入的标准不确定度 u_1。

校准片剂硬度仪所使用的力值砝码引入的不确定度分量见表 C.1。

表 C.1 力值砝码引入的标准不确定度　单位：N

标准力值	最大允许误差	包含因子 k	u_1
40	±0.2	$\sqrt{3}$	0.115
80	±0.4	$\sqrt{3}$	0.231
120	±0.6	$\sqrt{3}$	0.346
160	±0.8	$\sqrt{3}$	0.462
200	±1.0	$\sqrt{3}$	0.577

C.3.2 测量重复性引入的标准不确定度 u_2。

逐级施加标准力值，每个点校准 6 次，取 6 次校准值的算术平均值作为片剂硬度仪在该点的测量结果，汇总后得到数据表 C.2。

表 C.2　重复性测量数据汇总　单位：N

标准力值	F_1	F_2	F_3	F_4	F_5	F_6	$\overline{F}$	Δ	u_2
40	40.3	40.2	40.1	40.3	40.2	40.1	40.2	0.2	0.089
80	80.6	80.2	80.5	80.3	80.5	80.6	80.4	0.4	0.164
120	120.9	120.8	120.9	120.7	121.1	120.6	120.8	0.8	0.175
160	161.2	161.3	161.8	161.5	161.1	161.4	161.4	1.4	0.248
200	201.6	202.3	202.5	202.1	201.8	201.9	202.0	2.0	0.333

由于校准次数为 6 次，故采用贝塞尔公式计算此不确定度分量，单次测得值的实验标准偏差 s 计算见式（2）。

$$u_2 = s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(F_i - \overline{F}\right)^2}{(n-1)}} \tag{2}$$

C.3.3　片剂硬度仪分辨力引入的标准不确定度 u_3。

选用的片剂硬度仪，分辨力为 0.1 N，其示值分辨力符合均匀分布，取包含因子 $k=\sqrt{3}$，计算由此引入的标准不确定度分量 u_3。其结果按照公式（3）进行计算。

$$u_3 = \frac{d}{2\times\sqrt{3}} = \frac{0.1\,\mathrm{N}}{2\times\sqrt{3}} = 0.029\,\mathrm{N} \tag{3}$$

C.3.4　标准力值和片剂硬度仪受力方向不一致引入的标准不确定度 u_4。

由于片剂硬度仪在校准时，标准力值和片剂硬度仪受力方向会有一定程度的不一致，但其校准数据一般都集中在一个特定的区域之内，此区域的确定可通过大量的实验数据的积累来确定，对于片剂硬度仪来讲其数值一般不超过±0.3%。其结果按照公式（4）进行计算，数据记入表 C.3。

$$u_4 = \frac{F\times 0.3\%}{\sqrt{3}} \tag{4}$$

表 C.3　受力方向不一致引入的标准不确定度 u_4　　单位：N

校准点	受力方向不一致导致的力值误差	包含因子 k	u_4
40	±0.12	$\sqrt{3}$	0.069
80	±0.24	$\sqrt{3}$	0.139
120	±0.36	$\sqrt{3}$	0.208
160	±0.48	$\sqrt{3}$	0.277
200	±0.60	$\sqrt{3}$	0.346

C.4　标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表C.4。

表 C.4　标准不确定度一览表　单位：N

标准力值	力值砝码引入的标准不确定度 u_1	测量重复性引入的标准不确定度 u_2	分辨力引入的标准不确定度 u_3	受力方向不一致引入的标准不确定度 u_4
40	0.115	0.089	0.029	0.069
80	0.231	0.164	0.029	0.139
120	0.346	0.175	0.029	0.208
160	0.462	0.248	0.029	0.277
200	0.577	0.333	0.029	0.346

C.5　合成标准不确定度的评定

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2} \tag{5}$$

C.6　扩展不确定度的评定

取 k=2 ，则扩展不确定度为：

$$U = k \times u_c \tag{6}$$

相对扩展不确定度为：

$$U_{rel} = \frac{U}{F} \times 100\% \tag{7}$$

通过公式（5）和（6）计算不确定度，保险起见，扩展不确定度计算结果采用收尾法，经计算得到扩展不确定度汇总表 C.5。

表 C.5　扩展不确定度汇总表　单位：N

标称力值	示值绝对误差	扩展不确定度 U，k=2
40	+0.2	0.4
80	+0.4	0.7
120	+0.8	0.9
160	+1.4	1.2
200	+2.0	1.6

将表 C.5 数据带入公式（7），并经过规范条款 7.1.2 式（1）计算得到相对扩展不确定度汇总表 C.6。

表 C.6　相对扩展不确定度汇总表

标称力值	示值相对误差	相对扩展不确定度 U_{rel}，k=2
40 N	+0.5%	1.0%
80 N	+0.5%	0.9%
120 N	+0.7%	0.8%
160 N	+0.9%	0.8%
200 N	+1.0%	0.8%

C.7　测量不确定度报告与表示

标准力值为 40 N 时，示值相对误差为+0.5%，U_{rel}=1.0%，k=2

标准力值为 80 N 时，示值相对误差为+0.5%，U_{rel}=0.9%，k=2

标准力值为 120 N 时，示值相对误差为+0.7%，U_{rel}=0.8%，k=2

标准力值为 160 N 时，示值相对误差为+0.9%，U_{rel}=0.8%，k=2

标准力值为 200 N 时，示值相对误差为+1.0%，U_{rel}=0.8%，k=2