陕西省地方计量技术规范
《片剂硬度仪校准规范》
编制说明

校准规范起草组

2021 年 8 月

《片剂硬度仪校准规范》编制说明

一、任务来源

根据陕西省市场监督管理局下达的“关于印发2021年度陕西省计量技术规范制修订项目计划的通知”（陕市监〔2021〕231号），由西安计量技术研究院牵头承担《片剂硬度仪校准规范》的制定工作，归口单位为陕西省市场监督管理局。

二、制定的必要性

药品是一种特殊的商品，药品的质量直接危及病人的生命和健康，因此药品的质量检测是药品质量的可靠保证。而片剂是药品中最常用的剂型之一。在中国药典中，片剂已占全部制剂的40%以上，国家有关部门在药典中充分阐明了片剂在生产与贮藏期间应符合的规定，确立了片剂的重量差异、崩解时限、溶出度或释放度、含量均匀度等检查方法。对保证片剂的质量起了很大的作用。片剂除应保证以上指标外，还应有适宜的硬度，以便完整成型，符合片剂外观的要求且不易脆碎。片剂的硬度涉及片剂的外观质量和内在质量，硬度过大，会在一定程度上影响片剂的崩解度和释放度，因此，在片剂的生产过程中要加以控制。随着我国片剂的研究和生产的现代化。片剂硬度的检测已列为压片工序非常重要的检测项目之一。

片剂硬度需使用片剂硬度仪进行测定，但是国内此类仪器设备的生产厂家的良莠不齐，此规范的出台对于规范片剂硬度仪的生产和销售具有一定的意义。国内计量系统没有片剂硬度仪相关的检定规程或校准规范，但是在陕西省医药系统的量值传递过程中，各药厂强烈要求进行片剂硬度仪的量值溯源，因此我们筹备起草陕西省地方计量校准规范《片剂硬度仪》。与片剂硬度仪相关的技术法规主要有JJG 455-2000《工作测力仪》、GB/T 14710-2009《医用电器环境要求及试验方法》、JB/T 20104-2007 片剂硬度仪、GB 5226.1-2008 机械电气安全、电器设备等。

片剂硬度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。目前国家尚无片剂硬度仪校准规范，致使不同的机构、单位对片剂硬度仪校准依据、校准方法等存在着不同差异。为了更好地指导陕西省内片剂硬度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片剂硬度仪校准市场，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，因此制定片剂硬度仪校准规范非常必需，能有效地解决片剂硬度仪无校准依据的技术难题，为市场监督部门、认可校准机构和片剂硬度仪生产单位、使用单位实施计量管理提供技术支撑。

基于以上考虑，编写《片剂硬度仪校准规范》非常必要。

三、规范起草过程

1. 2020 年 12 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. 2021 年 1 月至 2 月，对制定规范的技术指标及拟使用的方法进行现场验证。到陕西省内片剂硬度仪使用单位进行测试试验，选取有代表性的片剂硬度仪品牌，分类型进行测试试验，收集试验数据及相关技术材料。

3. 2021 年 3 月至 4 月，规范起草组参考相关规程规范，以及国家、行业标准，利用我院积累的片剂硬度仪校准数据和经验，确定规范中的重要技术条款，最终形成了片剂硬度仪校准规范初稿，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. 2021 年 4 月至 5 月，规范起草组赴金花制药厂、西安巨子生物基因技术股份有限公司等地方调研，与行业内专家进行技术论证，并进行现场实验，收集了大量实验数据，对片剂硬度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. 2021 年 5 月底，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. 2021 年 6 月 20 日至 8 月 6 日，规程起草小组根据征求意见稿内容进行讨论，形成报审稿。

7．2021 年 8 月 12 日，省局组织专家组对规程进行了现场审核，提出了 9 条修改意见。

8．2021 年 8 月 13 日至 8 月 20 日，规程起草小组根据专家的审定意见对规程进行了修改，修改后将报批稿提交给评审组长。

四、规范制订的主要技术依据

JJG 455-2000　工作测力仪

JB/T 20104-2007　片剂硬度仪

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

五、规范制定的原则

根据片剂硬度仪的特点、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，参考力学专业相关计量检定规程、规范以及制药装备行业国标、行标等；

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。例如对片剂硬度仪的生产、使用部门也有一定的指导作用。

六、内容说明

1. 引用了 JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJG 455-2000《工作测力仪》、JB/T 20104-2007《片剂硬度仪》等规程规范国标的相关内容，

给出了《片剂硬度仪校准规范》的规范术语和计量单位。

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。

计量单位：采用的计量单位：牛[顿]（N）

2. 计量特性：

硬度仪的示值误差 δ：±2%

硬度仪的示值重复性 RSD：　≤1%

3. 校准片剂硬度仪的标准设备

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%。

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 JJG 455-2000《工作测力仪》、JB/T 20104-2007《片剂硬度仪》等规程规范国标行标的相关内容，同时部分内容也依据了片剂硬度仪生产厂家出厂检验有关检验方法的要求。

5. 误差的计算

5.1　硬度仪的示值误差

5.1.1　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。

5.1.2　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。

5.2　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计算相对标准偏差。

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。但由于片剂硬度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》给出了片剂硬度仪示值误差的测量结果不确定度评定报告。