



河北省地方计量技术规范

JJF (冀) 168—2019

脆碎度测定仪

Calibration Specification for Friability Surveymeters

2019-12-02 发布

2019-12-31 实施

河北省市场监督管理局 发布

脆碎度测定仪校准规范

Calibration Specification for Friability Surveymeters

JJF(冀)168—2019

归口单位：河北省市场监督管理局

主要起草单位：河北省计量监督检测研究院

参加起草单位：河北省计量检测技术中心

本规范委托河北省计量监督检测研究院负责解释

本规范主要起草人：

邸玉龙 (河北省计量监督检测研究院)

王颖 (河北省计量检测技术中心)

郭学军 (张家口市计量测试所)

参加起草人：

任为 (河北省计量监督检测研究院)

王召林 (河北省计量监督检测研究院)

姜巨勇 (河北省计量检测技术中心)

庞绍博 (河北省计量检测技术中心)

目 录

引言.....	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语	(1)
4 概述.....	(1)
5 计量特性	(1)
6 校准条件.....	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 校准设备	(2)
7 校准项目和校准方法.....	(2)
7.1 外观与初步检查	(2)
7.2 转速示值误差	(2)
7.3 转速稳定性	(2)
7.4 转动计数误差	(3)
7.5 计时误差	(3)
8 校准结果.....	(3)
9 复校时间间隔.....	(4)
附录 A 校准记录参考格式	(5)
附录 B 校准证书内页格式 (供参考)	(6)
附录 C 转速示值误差测量结果的不确定度评定	(7)

引 言

本规范以 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》和 JJF 1059.1-2012 《测量不确定度评定与表示》为基础性规范进行制定。

本规范参考了 JJG 326-2006 《转速标准装置检定规程》、JB/T 20105-2007 《脆碎度检查仪》有关技术内容。

本规范为首次发布。

脆碎度测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于脆碎度测定仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了以下文件：

JJG 326-2006 转速标准装置检定规程

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。

3 术语

脆碎度测定仪

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。

4 概述

脆碎度是反映医药行业片剂质量的一项重要指标。脆碎度测定仪（以下简称仪器）内壁抛光，一边有可打开的透明耐磨塑料圆筒，当圆筒转动时，筒内有一自中心轴套向外壁延伸的弧形隔片使片剂产生滚动，在规定的转速、转数、时间等条件下，对片剂进行脆碎度检验。

5 计量特性

仪器主要计量技术指标见表 1。

表 1 仪器主要计量技术指标

序号	技术指标	要求
1	转速最大允许误差	$\pm 4\%$
2	转速稳定性	$\leq 4\%$
3	转动计数最大允许误差	$\pm 1 \text{ r}$
4	计时最大允许误差	$\pm 8 \text{ s}$

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(10~35) °C；

6.1.2 相对湿度：≤80%；

6.1.3 供电电源电压 (220±22) V, (50±1) Hz；

6.1.4 周围无强烈振动，无强电、电磁干扰。

6.2 校准设备

6.2.1 非接触式转速表：满足 (1.0~199.9) r/min, 0.1 级。

6.2.2 秒表：MPE: ±0.1 s/h。

注：以上设备均应经检定或校准，并符合要求。

7 校准项目和校准方法

7.1 外观与初步检查

7.1.1 仪器不应有影响正常工作的机械损伤，各控制开关工作正常。筒内应清洁干净、无损坏。

7.1.2 仪器水平稳定放置，表面应平整。仪器运转无异常震动和声音。

7.2 转速示值误差

将转速表反光膜贴牢于轮鼓外侧便于观测处，设置仪器相应转速（可分别选取 25r/min、50r/min、100r/min 或按客户指定点测量），开启仪器，待转速稳定后，读取转速表的示值，重复测量三次（每次测量都需重新开启仪器，启动间隔不少于 30 秒），记录测得值。其转速示值误差按公式（1）计算。

$$\Delta x = \frac{x_0 - \bar{x}}{x} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

Δx —— 转速示值误差，%；

\bar{x} —— 转速表测量平均值，r/min；

x_0 —— 仪器设定值，r/min。

7.3 转速稳定性

设置仪器转速为 25r/min，待转速稳定后，每隔 20 秒读取转速表示值，共读取 6

次，其稳定性按式（2）计算。

$$s_n = \frac{x_{\max} - x_{\min}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

s_n —— 转速稳定性，%；

x_{\max} —— 转速表测量最大值，r/min；

x_{\min} —— 转速表测量最小值，r/min；

\bar{x} —— 转速表测量平均值，r/min。

7.4 转动计数误差

仪器转速设定为 25r/min 时，时间设置为 4min，启动脆碎度测定仪后计数，重复计数三次，记录测得值。其转动计数误差按式（3）计算。

$$\Delta\eta = 100 - \bar{\eta} \quad (3)$$

式中： $\Delta\eta$ —— 转动计数误差，r；

$\bar{\eta}$ —— 测得值平均值，r。

7.5 计时误差

将仪器的计时器设定为四分钟，启动计时开始时同时按下秒表计时，重复测量三次，记录电子秒表示值。其计时误差按式（4）计算。

$$\Delta t = t - \bar{t} \quad (4)$$

式中： Δt —— 计时误差，s；

t —— 仪器设定时间，s；

\bar{t} —— 电子秒表测得值平均值，s。

8 校准结果

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题：如“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。

9 复校时间间隔

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，送校单位可根据使用情况自主决定复校时间间隔，建议不超过 1 年。

附录 A

校准记录参考格式

客户名称: _____ 客户地址: _____

校准地址: _____ 制造单位: _____

仪器型号: _____ 出厂编号: _____

温度 (°C): _____ 湿度 (%RH): _____

校准员: _____ 核验员: _____

校准日期: _____ 证书编号: _____

校准依据: _____

校准使用的主要计量标准器信息:

名称	测量范围	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	证书编号	有效期至	上级溯源 机构名称

A.1 转速示值误差

设定值 (r/min)	转速表示值 (r/min)				示值误差 (%)
	1	2	3	平均值	

A.2 转速稳定性

次数	1	2	3	4	5	6	平均值 (r/min)	稳定性 (%)
测得值 (r/min)								

A.3 转动计数误差

次数	1	2	3	平均值 (r)	转动计数误差 (r)
测得值 (r)					

A.4 计时误差

设定值 (s)	测得值 (s)				计时误差 (s)
	1	2	3	平均值	
240					

A.5 测量结果的不确定度

附录 B

校准证书内页格式(供参考)

序号	校准项目	校准结果	不确定度
1	转速示值误差		
2	转速稳定性		
3	转动计数误差		
4	计时误差		

以下空白

附录 C

转速示值误差测量结果的不确定度评定

C.1 概述

C.1.1 测量依据：JJF (冀) XXXX -2019 《脆碎度测定仪校准规范》。

C.1.2 测量环境：温度：20℃，湿度：40%RH

C.1.3 测量标准：转速表，满足 (1.0~199.9) r/min, 0.1 级

C.1.4 测量对象：脆碎度测定仪。

C.1.5 测量方法：将转速表反光膜贴牢于轮鼓外侧便于观测处，设置仪器相应转速 (可分别选取 25r/min、50r/min、100r/min 或按客户指定点测量)，开启仪器，待转速稳定后，读取转速表的示值，重复测量三次，每次启动间隔不少于 30 秒。

C.2 测量模型

相应校准项目的示值误差可根据式 (C.1) 计算

$$\Delta x = \frac{x_0 - \bar{x}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (\text{C.1})$$

式中：

Δx —— 转速示值误差，%；

\bar{x} —— 转速表测量平均值，r/min；

x_0 —— 仪器设定值，r/min。

C.3 不确定度分量来源

不确定来源包括：

1) 测量重复性引入的相对标准不确定度 $u_{r,1}$

2) 标准器转速表引入的相对标准不确定度 $u_{r,2}$

C.4 标准不确定度分量评定

C.4.1 测量重复性引入的相对标准不确定度 $u_{r,1}$

设置仪器转速为 25r/min，待转速稳定后，每隔 20 秒读取转速表示值，共读取 6 次，数据如表 C.1 所示：

表 C.1 被校仪器的重复性测量数据

单位: r/min

设定值	实测值						平均值	重复性
	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6	\bar{x}	s
25	25.3	25.2	24.8	25.1	24.8	25.2	25.1	0.22

为了提高测量的可靠性, 本次测量 6 次。按照本校准规范的要求, 实际重复测量 3 次, 则测量点的相对标准不确定度可根据式 (C.2) 计算:

$$u_{r,1} = \frac{s}{x_0 \sqrt{n}} \times 100\% \quad (\text{C.2})$$

$$\text{则 } u_{r,1} = \frac{0.22}{25 \times \sqrt{3}} \times 100\% = 0.51\%$$

C.4.2 标准器转速表引入的相对标准不确定度 $u_{r,2}$

所使用的标准装置为转速表, 转速表准确度等级为 0.1 级, 服从均匀分布, 取区间带宽 0.1%, 则其引入的不确定度可根据式 (C.3) 计算:

$$u_{r,2} = \frac{0.1}{\sqrt{3}} \times 100\% = 0.06\% \quad (\text{C.3})$$

C.5 相对标准不确定度一览表

标准不确定度分量	不确定度来源	相对标准不确定度
$u_{r,1}$	测量重复性引入的不确定度	0.51%
$u_{r,2}$	标准器引入的不确定度	0.06%

C.6 合成相对标准不确定度

合成相对标准不确定度由式 (C.4) 计算:

$$u_{\text{rel}} = \sqrt{u_{r,1}^2 + u_{r,2}^2} \quad (\text{C.4})$$

$$\text{则转速为 25 r/min 时: } u_{\text{rel}} = \sqrt{(0.51\%)^2 + (0.06\%)^2} = 0.55\%$$

C.7 相对扩展不确定度的评定

取 $k=2$, 则相对扩展不确定度为:

$$\text{转速为 25 r/min 时: } U_{\text{rel}} = k \times u_{\text{rel}} = 2 \times 0.55\% = 1.1\%$$

