

天津市地方计量技术规范

JJF(津)XX-2024

片剂硬度仪校准规范

Calibration Specification for Tablet Hardness Tester

(报批稿)

2024-XX-XX 发布

2024-XX-XX 实施

天津市市场监督管理委员会 发布

片剂硬度仪校准规范

Calibration Specification for
Tablet Hardness Tester

JJF(津) XX-2024

归口单位：天津市市场监督管理委员会

主要起草单位：天津市计量监督检测科学研究院

本规范主要起草人：

贾启坤（天津市计量监督检测科学研究院）

高 坤（天津市计量监督检测科学研究院）

郑 辉（天津市计量监督检测科学研究院）

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 | (2) |
| 5.1 片剂硬度 | (2) |
| 5.2 片剂直径/厚度 | (2) |
| 6 校准条件 | (2) |
| 6.1 环境条件 | (2) |
| 6.2 测量设备 | (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 片剂硬度仪硬度示值误差不确定度评定 (示例) | (5) |
| 附录 B 片剂硬度仪校准记录格式 | (8) |
| 附录 C 片剂硬度仪校准证书内页格式 | (9) |

引 言

本规范参照了国家计量技术规范 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》和 JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》中规定的相关术语定义和编写规则。

本校准规范系首次制定。

片剂硬度仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量上限不大于 500N 的片剂硬度仪的校准。

2 引用文件

GB/T 14710-2009 医用电器环境要求及试验方法

JB/T 20104-2022 片剂硬度仪

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适应于本规范。

3 术语

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。

4 概述

片剂硬度仪是用于测量片剂硬度和几何尺寸的一种药检仪器，广泛用于药厂、药检及相关科研单位。片剂硬度仪主要由力传感器、控制加载系统、显示屏等部分组成。片剂硬度仪的工作原理是通过控制加载系统将连接力传感器的压头对片剂进行挤压，当药片碎裂时的最大力值，即为片剂的硬度值。部分片剂硬度仪还有测量片剂直径或厚度的功能。

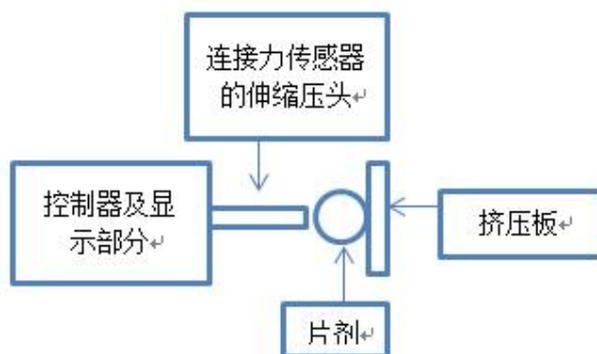


图 1 片剂硬度仪工作示意图

5 计量特性

5.1 片剂硬度

片剂硬度示值最大允许误差： $\pm 2\%$ 。示值重复性：1%。

5.2 片剂直径/厚度

直径/厚度最大允许误差： $\pm 0.06\text{mm}$ 。

6 校准条件

6.1 环境条件：

温度： $20^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ ，湿度： $\leq 70\% \text{RH}$ ，其他条件：校准过程中不得有影响校准结果的外观缺陷及振动、电磁场或其他干扰源。

6.2 测量设备

6.2.1 片剂硬度测量设备：M1级标准力值砝码，测量范围（1~500）N。

6.2.2 片剂直径/厚度测量设备：

游标卡尺，测量范围（1~100）mm，MPE： $\pm 0.02\text{mm}$ 。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

硬度值校准、直径/厚度值校准。

7.2 校准方法

7.2.1 外观检查

片剂硬度仪应先进行外观及运行检查，控制按钮能正常操作，设置功能正常加载，系统运行应平稳，目测加载过程中无摩擦及卡滞现象，测量设置及测量结果显示清晰。

7.2.2 片剂硬度仪硬度值的校准

校准硬度值时将测力传感器从仪器上卸下，垂直放置于硬质水平平台上并保持稳定，先用接近片剂硬度仪满量程50%的力值砝码预压三次，然后在测力传感器的量程内，按满量程的20%、40%、60%、80%、100%均匀选取5个校准点，先将仪器硬度值归零，将相应量值的标准力值砝码依次平稳放置在测力传感器的受力面上，待示值稳定后，从片剂硬度仪显示屏上依次读取相应的力值，重复测量三次。

对于测力传感器无法从仪器上卸下的情况,可根据仪器设计反向力支架,将支架与片剂硬度仪的加载端连接,支架的另一端悬挂砝码,将砝码的拉力作用于力传感器上,测量硬度值。

A) 示值算术平均值

$$\bar{F} = \frac{\sum f_i}{n} \quad (1)$$

B) 示值误差值

$$q = \bar{F} - F \quad (2)$$

C) 示值相对误差 δ_f

$$\delta_f = \frac{\bar{F} - F}{F} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

\bar{F} ——同一校准点三次测量值的算术平均值, N;

f_i ——单次测量的硬度值;

F ——力值砝码标准值, N;

q ——片剂硬度示值误差, N;

δ_f ——片剂硬度示值相对误差, %。

D) 示值重复性 R_f

$$R_f = \frac{F_{\max} - F_{\min}}{F} \times 100\% \quad (4)$$

式中:

R_f ——片剂硬度示值重复性, %;

F_{\max} ——同一校准点三次测量值的最大值, N;

F_{\min} ——同一校准点三次测量值的最小值, N。

7.2.3 片剂直径/厚度的校准

采用游标卡尺对片剂硬度仪直径/厚度示值进行校准,首先清洁片剂硬度仪平台,确认探头和测试台没有样品残渣,先用游标卡尺测量待测片剂的直径或厚度,再用片剂硬度仪测量此片剂的直径或厚度。

直径/厚度示值误差:

$$\delta = \frac{L' - L}{L} \times 100\% \quad (5)$$

式中:

δ ——片剂硬度仪直径/厚度示值误差, %;

L' ——硬度仪直径/厚度测量值, mm;

L ——游标卡尺量值, mm。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映, 校准证书至少应包括以下信息:

- a) 标题: “校准证书”;
- b) 送样单位的名称和地址;
- c) 进行校准的地点(如果与实验室地址不同);
- d) 证书的唯一性标识(如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 被校对象的描述和明确标识;
- f) 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;
- g) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- h) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- i) 校准环境的描述;
- j) 校准结果及其测量不确定度的说明;
- k) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识;
- l) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- m) 未经实验室书面批准, 不得部分复制校准证书的声明。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔是由测试仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素决定的, 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。建议复校时间间隔不超过 1 年。

附录 A

片剂硬度仪硬度示值误差的不确定度评定方法

A.1 概述

A.1.1 被校对象：片剂硬度仪。

A.1.2 校准技术规范：本校准规范

A.1.3 校准用标准器：标准力值砝码。

A.1.4 环境条件：温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，湿度不大于 70%RH。

A.1.5 校准方法：用符合规定的标准力值砝码对片剂硬度仪硬度示值进行校准，3 次测量结果的算术平均值与力值砝码标准值之差即为片剂硬度仪的硬度示值误差。

A.2 测量模型

$$\delta = \bar{F} - F$$

式中：

δ ——片剂硬度示值误差；

\bar{F} ——同一校准点三次测量值的算术平均值, N；

F ——力值砝码标称值, N。

A.3 不确定度传播律

由于输入量 \bar{F} 和 F 彼此独立不相关，则不确定度传播律为：

$$u_c^2(\delta) = c_1^2 u^2(\bar{F}) + c_2^2 u^2(F)$$

式中：

$u(F)$ ——标准力值砝码引入的标准不确定度；

$u(\bar{F})$ ——片剂硬度测仪引入的标准不确定度；

$u(\delta)$ ——硬度示值误差的合成标准不确定度。

灵敏系数： $c_1 = 1$ $c_2 = -1$

A.4 标准不确定度的评定

A.4.1 片剂硬度仪引入的不确定度分量

A.4.1.1 硬度示值重复性引入的标准不确定度分量 u_A 评定

选择一台测量上限为 200N 的片剂硬度仪，用 120N 的力值砝码，重复测量 3 次，结果分别为 120.1N, 120.0N, 120.1N, 因为测量次数小于 10 次，故采用极差法计算标准不确定度分量。

$$u_A = \frac{F_{\max} - F_{\min}}{1.69\sqrt{3}} = 0.03N$$

A.4.1.2 片剂硬度仪分辨力引入的不确定度分量 u_B 评定

对于分度值为 0.1N 的片剂硬度仪，按照均匀分布，取 $k=\sqrt{3}$ ，则分辨力引入的不确定分量。

$$u_B = \frac{0.1}{2\sqrt{3}} = 0.03N$$

A.4.1.3 片剂硬度仪的不确定度分量

$$u(\bar{F}) = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} = \sqrt{0.03^2 + 0.03^2} = 0.04N$$

A.4.2 力值砝码引入的不确定度分量 $u(F)$

力值砝码的最大允差是 $\pm 0.005\%$ ， $a=0.005\% \times 40$ ，按均匀分布，取 $k=\sqrt{3}$ ，则力值砝码引入的不确定度分量 $u(F)$ 为：

$$u(F) = \frac{0.005\% \times 40}{\sqrt{3}} = 0.001N$$

A.4.3 合成标准不确定度 $u(\delta)$ 的计算

因为各分量独立不相关，所以片剂硬度测试仪的合成标准不确定度 $u(\delta)$ 按下式计算：

$$u(\delta) = \sqrt{u^2(\bar{F}) + u^2(F)} = 0.04N$$

A.4.4 扩展不确定度 U_c 的计算

取包含因子 $k=2$ ，则 $U_c = ku(\delta) = 0.08\text{N}$ ， $k=2$ 。

A. 4. 5 其他校准点不确定度计算同理进行，结果如下表

| 标准值 (N) | 示值平均值 (N) | 不确定度分量 (N) | | | $u(\delta)$ (N) | U_c (N) ($k=2$) |
|------------|--------------|------------|-------|--------|-----------------|------------------------|
| | | u_A | u_B | $u(F)$ | | |
| 40 | 40.1 | 0.02 | 0.03 | 0.01 | 0.04 | 0.08 |
| 80 | 80.1 | 0.02 | 0.03 | 0.01 | 0.04 | 0.08 |
| 120 | 120.1 | 0.03 | 0.03 | 0.01 | 0.04 | 0.08 |
| 160 | 160.2 | 0.03 | 0.03 | 0.01 | 0.04 | 0.08 |
| 200 | 200.2 | 0.03 | 0.03 | 0.01 | 0.04 | 0.08 |

附录 B

片剂硬度仪校准记录格式

| | | | | | | | |
|-------------|-----------|------|---------------------------|--------------|--------|-------|-------------|
| 样品信息 | 委托单位 | | | | | | |
| | 地址/电话 | | | | | | |
| | 样品名称 | | 测量范围 | | | | |
| | 型号规格 | | 出厂编号 | | | | |
| | 生产厂家 | | | | | | |
| 使用的标准器/仪器设备 | | | | | | | |
| 名称 | 出厂编号 | 测量范围 | 不确定度/准确度等级 /最 大允许误差 | 计量器具 证书编号 | 有效期至 | 溯源机构 | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| 环境条件 | 校准地点 | | | 校准时间 | | | |
| | 温度 | | | 湿度 | | | |
| 外观检查: | | | | | | | |
| 标准力值 | 片剂硬度仪硬度示值 | | | 平均值 | 示值相对误差 | 示值重复性 | 扩展不确定度(k=2) |
| | 1 | 2 | 3 | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| 标准值 | 直径/厚度示值 | | | 示值相对误差 | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| 校准员 | | | | 核验员 | | | |

附录 C

片剂硬度仪校准证书内页格式

一、外观检查

二、片剂硬度仪硬度示值

| 标准值 (N) | 示值平均值 (N) | 示值误差 (%) | 示值重复性 (%) | 扩展不确定度 ($k=2$) |
|---------|-----------|----------|-----------|------------------|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

三、片剂直径/厚度示值

| 标准值 (mm) | 直径/厚度示测 (mm) | 示值相对误差 (%) |
|----------|--------------|------------|
| | | |
| | | |

