

# 中华人民共和国国家计量技术规范

JJF×××—202×

## 脆碎度检查仪校准规范

Calibration Specification for Friability Tester

(征求意见稿)

××××—××—××发布

××××—××—××实施

国家市场监督管理总局 发布

# 脆碎度检查仪校准规范

Calibration Specification for

Friability Tester

JJF × × × × - 20 × ×

归口单位：

主要起草单位：

参加起草单位：

本规范委托全国振动冲击转速计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

# 目 录

引 言 .....	(II)
1 范围 .....	(1)
2 引用文件 .....	(1)
3 术语 .....	(1)
3.1 脆碎度检查仪 .....	(1)
4 概述 .....	(1)
5 计量特性 .....	(2)
5.1 转速 .....	(2)
5.2 计数 .....	(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 .....	(3)
7.1 转速示值误差 .....	(3)
7.2 转数示值误差 .....	(3)
8 校准结果表达 .....	(4)
9 复校时间间隔 .....	(5)
附录 A 校准记录内容 .....	(6)
附录 B 校准证书内页内容（推荐）格式 .....	(7)
附录 C 转速示值误差测量结果不确定度评定示例 .....	(8)
附录 D 转数示值误差测量结果不确定度评定示例 .....	(11)

## 引 言

本规范以 JJF 1071 《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001 《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1 《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行制定。

本规范主要参考 JB/T 20105 《脆碎度检查仪》编制而成。

本规范为首次发布。

# 脆碎度检查仪校准规范

## 1 范围

本规范适用于脆碎度检查仪（脆碎度测试仪）的校准，以下简称脆碎度仪。

## 2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJG 105 转速表

JB/T 20105 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

### 3.1 脆碎度检查仪 friability tester

利用机械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。

[JB/T 20105-2007，术语和定义 3.1]

## 4 概述

脆碎度仪是用于药片片剂的抗磨损检查和试验，以检查非包衣片剂的脆碎度情况及其物理强度。脆碎度仪一般由两个转鼓、转轴、电机和显示屏组成。转鼓固定于同轴的水平转轴上，转轴与电机相连，转鼓转动时片剂则产生滚动，显示屏显示转鼓的转速和转数。

脆碎度仪按照转鼓的数量可分为单转鼓式和多转鼓式；按照转速调节方式可分为可调式和不可调式。

脆碎度仪结构示意图如图1所示。

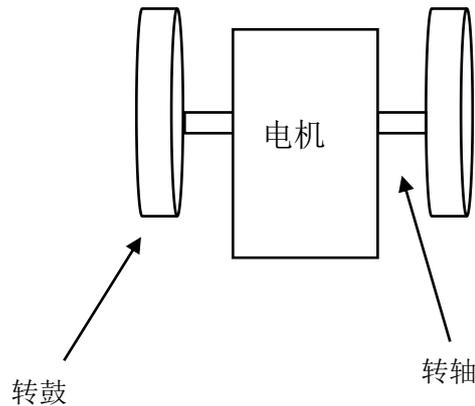


图1 脆碎度仪结构示意图

## 5 计量特性

### 5.1 转速

示值误差:  $\pm 1\%$

### 5.2 转数

示值误差:  $\pm 1 r$

注: 以上所有指标不适用于合格性判定, 仅提供参考。

## 6 校准条件

### 6.1 环境条件

6.1.1 温度:  $(15\sim 28) ^\circ\text{C}$ ;

6.1.2 相对湿度: 不大于85%;

6.1.3 供电电源:  $(220\pm 22) \text{V}$ ;

6.1.4 周围无影响正常校准工作的污染、电磁干扰和机械振动。

### 6.2 测量标准及其他设备

#### 6.2.1 校准用测量标准

带有测转数功能的转速测量仪或非接触式转速表(以下统称转速表)。

#### 6.2.2 测量标准的技术要求

##### 6.2.2.1 转速

分辨力:  $0.1 \text{ r/min}$

最大允许误差:  $\pm 0.1\%$

### 6.2.2.2 转数

最大允许示值误差：±1 r

## 7 校准项目和校准方法

转鼓应按照说明书的要求安装在转轴上，脆碎度仪开机后应运行平稳，无异响，转动部件无擦碰。显示部分字符应清晰完整。

### 7.1 转速示值误差

#### 7.1.1 校准点的选择

7.1.1.1 对于转速不可调的脆碎度仪，以固定的 25 r/min 作为校准点。

7.1.1.2 对于转速可调的脆碎度仪，在以 25 r/min 作为校准点以外，还应在转速可调范围内选取最高转速和最低转速作为校准点，也可根据用户的要求增加其它校准点。

#### 7.1.2 转速示值误差校准方法

7.1.2.1 将反光膜贴于被校脆碎度仪的转轴上，确认转速表能够正确接收转速信号后，开启脆碎度仪。

7.1.2.2 对于转速不可调的脆碎度仪，待转轴运转达到稳定状态后，将转速表对准转轴上的反光膜进行测量，在同一校准点连续读取 3 次转速表的示值，计算其算术平均值作为测量结果。

7.1.2.3 对于转速可调的脆碎度仪，设定校准点，待脆碎度仪的转轴运转达到稳定状态后，将转速表对准转轴上的反光膜进行测量，在同一校准点连续读取 3 次转速表的示值，计算其算术平均值作为测量结果。

7.1.2.4 转速示值误差按公式(1)计算。

$$\delta_n = \frac{n_0 - \bar{n}}{\bar{n}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\delta_n$  —— 转速示值误差，%；

$n_0$  —— 脆碎度仪转速示值，r/min；

$\bar{n}$  —— 转速表 3 次测量平均值，r/min。

### 7.2 转数示值误差

#### 7.2.1 校准点的选择

7.2.1.1 对于固定转数设置的脆碎度仪，将 100 r 作为校准点。

7.2.1.2 对于转数设置可调的脆碎度仪，在校准点 100 r 外，可在转速可调范围内选取最高转数和最低转数作为校准点，也可根据用户的要求增加其它校准点。

## 7.2.2 转数示值误差校准方法

7.2.2.1 将反光膜贴于被校脆碎度仪的转轴上，在转速表的计数功能状态下，确认转速表能够正确接收转数信号。

7.2.2.2 设置转数后，开启脆碎度仪。脆碎度仪的启动键与转速表的测量键同时按下。

7.2.2.3 待脆碎度仪的转轴停止转动后读取转速表的示值。在同一校准点连续测量 3 次，计算其算术平均值作为测量结果。

7.2.2.4 示值误差按公式(2)计算。

$$\delta_r = r_0 - \bar{r} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\delta_r$  ——转数示值误差，r；

$r_0$  ——脆碎度仪转数示值，r；

$\bar{r}$  ——转速表的 3 次转数测量平均值，r。

## 8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书至少包括以下信息：

- a) 标题“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收日期；
- 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) 次校准所用计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，送校单位可根据实际使用情况自主决定复校的时间间隔，建议不超过1年。

## 附录 A

## 校准记录内容

## 一、转速

示值 (r/min)	实测转速值 (r/min)			平均值 (r/min)	示值误差 %	$U_{rel}$ $k=2$
	1	2	3			

## 二、转数

示值 (r)	实测转数值 (r)			平均值 (r)	示值误差 (r)	$U$ (r) $k=2$
	1	2	3			

## 附录 B

## 校准证书内页内容（推荐）格式

## 1. 转速示值误差及测量结果的扩展不确定度

示值 (r/min)	平均值 (r/min)	示值误差 %	$U_{rel}$ $k=2$

## 2. 转数示值误差

示值 (r)	平均值 (r)	示值误差 (r)	$U(r)$ $k=2$

## 附录 C

## 转速示值误差测量结果不确定度评定示例

## C.1 测量方法

用 0.1 级转速表作为测量标准。将被校脆碎度仪转速设置至校准点 25 r/min，开启脆碎度仪。待转轴旋转稳定后，用转速表对准转轴上的反光膜进行测量。在同一校准点连续读取 3 次转速表的显示值，其算术平均值作为测量结果。脆碎度仪的示值与转速表的示值平均值之差作为转速示值误差。

## C.2 数学模型

被校脆碎度仪的转速示值误差可由公式(C.1)求得：

$$\delta_n = \frac{n_0}{\bar{n}} - 1 \quad (\text{C.1})$$

式中：

$\delta_n$  —— 转速示值误差，%；

$n_0$  —— 脆碎度仪转速示值或者标称值，r/min；

$\bar{n}$  —— 转速表 3 次测量平均值，r/min。

## C.3 合成方差和灵敏系数

由于  $n_0$  是脆碎度仪显示的设定值，所以上式中的输入量为  $\bar{n}$ 。合成标准不确定度的计算公式为式(C.2)：

$$u_c^2(\delta_n) = c^2 u^2(\bar{n}) \quad (\text{C.2})$$

灵敏系数为：

$$c = \frac{\partial f}{\partial \bar{n}} = -\frac{n_0}{(\bar{n})^2} \approx -\frac{1}{\bar{n}}$$

由于输入量间不相关，则合成标准不确定度按公式(C.3)计算：

$$u_{\text{crel}}^2 = u_{\text{rel}}^2(\bar{n}) \quad (\text{C.3})$$

$u_{\text{rel}}(\bar{n})$  是由被校脆碎度仪重复测量引入的标准不确定度  $u_{\text{rel}}(\bar{n}_1)$ ；转速表分辨力引

入的标准不确定度分量 $u_{\text{rel}}(\bar{n}_2)$ ；转速表示值误差引入的标准不确定度分量 $u_{\text{rel}}(\bar{n}_3)$ 合成。

#### C.4 分析和计算标准不确定度分量

##### C.4.1 对被校脆碎度仪重复测量引入的标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{n}_1)$

在相同条件下，对脆碎度仪校准点 25r/min 重复测量 10 次，测量数据如下：

25.1 r/min, 25.0 r/min, 24.8 r/min, 24.9 r/min, 25.1 r/min, 25.1 r/min,  
25.0 r/min, 24.8 r/min, 25.0 r/min, 25.1 r/min。  $\bar{n} = 24.99$  r/min

根据贝塞尔公式：

$$s_N = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (n_i - \bar{n})^2}{N - 1}}$$

得单次测量实验标准偏差 $s_N = 0.12$  r/min。

实际测量时，在重复条件下连续测量 3 次，以 3 次测量的算术平均值作为测量结果，则可得标准不确定度为

$$u_{\text{rel}}(\bar{n}_1) = \frac{s_N}{\bar{n}\sqrt{3}} = 0.28\%$$

##### C.4.2 转速表分辨力引入的标准不确定度分量 $u_{\text{rel}}(\bar{n}_2)$

转速表的转速分辨力为 0.1 r/min，按矩形分布计，则标准不确定度为

$$u_{\text{rel}}(\bar{n}_2) = \frac{0.29 \times 0.1}{\bar{n}} = 0.12\%$$

##### C.4.3 转速表示值误差引入的标准不确定度分量 $u_{\text{rel}}(\bar{n}_3)$

0.1 级转速表的最大允许示值误差为 $\pm 0.1\%$ ，在检定点 25 r/min 时，按均匀分布计，则示值误差引起的标准不确定度分量为

$$u_{\text{rel}}(\bar{n}_3) = \frac{25 \times 0.1\%}{\bar{n}\sqrt{3}} = 0.06\%$$

#### C.5 计算合成标准不确定度：

依据 JJF1059.1 的规定，取被校脆碎度仪重复测量引入的标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{n}_1)$ 和转速表分辨力引入的标准不确定度分量 $u_{\text{rel}}(\bar{n}_2)$ 两者中较大值。故计最大影响量 $u_{\text{rel}}(\bar{n}_1)$ ，舍去 $u_{\text{rel}}(\bar{n}_2)$ 。

各不确定度分量不相关，根据公式(C.3)，得合成标准不确定度为：

$$u_{\text{crel}}(\delta_n) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\bar{n}_1) + u_{\text{rel}}^2(\bar{n}_3)} = \sqrt{0.0028^2 + 0.0006^2} = 0.29\%$$

### C.6 计算扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ , 则:

$$U_{\text{rel}} = k \times u_{\text{crel}}(\delta_n) = 2 \times 0.29\% = 0.58\% \approx 0.6\% \quad (k=2)$$

### C.7 测量不确定度报告

由上述分析得到:

转速示值误差测量结果的扩展不确定度为:  $U_{\text{rel}} = 0.6\%$ ,  $k = 2$

## 附录 D

## 转数示值误差测量结果不确定度评定示例

## D.1 测量方法

用 0.1 级转速表作为测量标准。将反光膜贴于被校脆碎度仪的转轴上，在转速表的计数功能状态下，确认转速表能够正确接收转数信号。设置转数后，开启脆碎度仪。脆碎度仪的启动键与转速表的测量键同时按下。待脆碎度仪的转轴停止转动后读取转速表的示值。在同一校准点连续测量 3 次，计算其算术平均值作为测量结果。

## D.2 数学模型

被校脆碎度仪的转数示值误差可由公式(D.1)求得：

$$\delta_r = r_0 - \bar{r} \quad (\text{D.1})$$

式中：

$\delta_r$  ——转数示值误差，r；

$r_0$  ——脆碎度仪转数示值，r；

$\bar{r}$  ——转速表的 3 次转数测量平均值，r。

## D.3 合成方差和灵敏系数

由于 $r_0$ 是脆碎度仪显示的设定值，所以上式中的输入量为 $\bar{r}$ 。合成标准不确定度的计算公式为式(D.2)：

$$u_c^2(\delta_r) = c^2 u^2(\bar{r}) \quad (\text{D.2})$$

灵敏系数为：

$$c = \frac{\partial f}{\partial \bar{r}} = -1$$

由于输入量间不相关，则合成标准不确定度按公式(D.3)计算：

$$u_c^2 = u^2(\bar{r}) \quad (\text{D.3})$$

$u_{\text{rel}}(\bar{r})$ 是由被校脆碎度仪重复测量引入的标准不确定度 $u(\bar{r}_1)$ ；转速表分辨力引入

的标准不确定度分量 $u(\bar{r}_2)$ ；转速表示值误差引入的标准不确定度分量 $u(\bar{r}_3)$ 合成。

#### D.4 分析和计算标准不确定度分量

##### D.4.1 对被校脆碎度仪重复测量引入的标准不确定度 $u(\bar{r}_1)$

在相同条件下，对脆碎度仪转数校准点 100r 重复测量 10 次，测量数据如下：

100 r, 100 r, 100 r, 100r, 100 r, 99 r, 100 r, 100 r, 100 r, 100 r。

$$\bar{r} = 99.9 \text{ r}$$

根据贝塞尔公式：

$$s_N = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (r_i - \bar{r})^2}{N - 1}}$$

得单次测量实验标准偏差 $s_N = 0.32 \text{ r}$ 。

实际测量时，在重复条件下连续测量 3 次，以 3 次测量的算术平均值作为测量结果，则可得标准不确定度为

$$u(\bar{r}_1) = \frac{s_N}{\sqrt{3}} = 0.18 \text{ r}$$

##### D.4.2 转速表分辨力引入的标准不确定度分量 $u(\bar{r}_2)$

转速表的转数分辨力为 1 r，按矩形分布计，则标准不确定度为

$$u(\bar{r}_2) = 0.29 \times 1 = 0.29 \text{ r}$$

##### D.4.3 转速表示值误差引入的标准不确定度分量 $u(\bar{r}_3)$

0.1 级转速表的最大允许示值误差为 $\pm 0.1\%$ ，在检定点 100 r 时，按均匀分布计，则示值误差引起的标准不确定度分量为

$$u(\bar{r}_3) = \frac{100 \times 0.1\%}{\sqrt{3}} = 0.06 \text{ r}$$

#### D.5 计算合成标准不确定度：

依据 JJF1059.1 的规定，取被校脆碎度仪重复测量引入的标准不确定度 $u(\bar{r}_1)$ 和转速表分辨力引入的标准不确定度分量 $u(\bar{r}_2)$ 两者中较大值。故计最大影响量 $u(\bar{r}_2)$ ，舍去 $u(\bar{r}_1)$ 。

各不确定度分量不相关，根据公式(D.3)，得合成标准不确定度为：

$$u_c(\delta_r) = \sqrt{u^2(\bar{r}_2) + u^2(\bar{r}_3)} = \sqrt{0.29^2 + 0.06^2} = 0.30 \text{ r}$$

**D.6 计算扩展不确定度**

取包含因子  $k=2$ ,则:

$$U = k \times u(\delta_r) = 2 \times 0.30 = 0.6 r \quad (k=2)$$

**D.7 测量不确定度报告**

由上述分析得到:

转数示值误差测量结果的扩展不确定度为:  $U = 0.6 r$ ,  $k=2$

---