

---

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF ×××× - ××××

---

## 冷冻干燥机校准规范

Calibration Specification for Lyophilizer Apparatus

(征求意见稿)

本稿完成日期: 2022-02-17

××××-××-×× 发布

×××× -××-×× 实施

---

国家质量监督检验检疫总局 发布

---

# 冷冻干燥机校准规范

Calibration specification for

lyophilizer Apparatus

---

JJF ××××× - ×××××

归口单位： 全国生物计量技术委员会

起草单位： 中国计量科学研究院

参加起草单位：

本规范委托全国生物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.....	(I)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 术语和计量单位.....	(1)
4 概述 .....	(2)
5 计量特性.....	(2)
6 校准条件.....	(2)
6.1 环境条件.....	(2)
6.2 校准设备.....	(3)
7 校准项目和校准方法.....	(3)
7.1 冷阱温度相对示值误差与测量重复性.....	(3)
7.2真空度示值误差与测量重复性.....	(5)
7.3真空度/冷阱温度漂移.....	(5)
8 校准结果表达.....	(6)
9 复校时间间隔.....	(6)
附录A 示值误差测量结果的不确定度评定示例.....	(7)
附录B 校准原始记录格式.....	(9)
附录C 校准证书内页推荐格式.....	(11)

# 引 言

本规范依据 JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》的要求和格式编写。校准方法及计量特性等主要参考了 JJF 1664—2017《温度显示器校准规范》、JJG 926-2015《记录式压力表、压力真空表和真空表检定规程》等标准完成本规范的编制。

本规范依据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示技术规范》给出了示值误差的校准结果测量不确定度及评定示例。

本规范为首次发布。



# 冷冻干燥机校准规范

## 1 范围

本规范适用于冷冻干燥机的校准。

## 2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJF 1664—2017 温度显示仪校准规范

JJF 1001—2011 通用计量术语及定义

JJF 1071—2010 国家计量校准规范编写规则

JJF 1265—2010 生物计量术语及定义

GB 3102.8—1993 物理化学和分子物理学的量和单位

GB/T 14666—2003 分析化学术语

JJG 926-2015 记录式压力表、压力真空表和真空表检定规程

注：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 术语和计量单位

JJF 1001—2011、JJF 1265—2010 和 GB/T 14666—2003 中界定的及以下术语和定义适用于本规范。

本规范采用 GB 3102.8—1993 中规定量和单位。

### 3.1 真空度（vacuum degree）

真空度是指处于真空状态下的气体稀薄程度。在真空状态下，气体的稀薄程度通常用气体的压力值来表示，显然，该压力值越小则表示气体越稀薄。

### 3.2 温度漂移（temperature shift）

在规定的工作条件下，单位时间内冷阱温度的变化量。

## 4 概述

冷冻干燥机（lyophilizer）原理是利用升华原理，使预先冻结的物料中的水分，不经过冰的融化，直接以冰态升华为水蒸气被除去，从而达到干燥的目的。在低温下干燥时，物质中的一些挥发性成分损失很小，体积几乎不变，保持了原来的结构，不会发生浓缩现象，适合一些化学产品，药品和食品干燥。因此其用途主要应用在生物、医药制药、食品、营养保健品等领域。冷冻干燥机系统由制冷系统、真空系统、控制系统、循环系统组成。

## 5 计量特性

### 5.1 真空度与冷阱温度示值误差与重复性

	相对示值误差	重复性
冷阱温度	<±2.0%	<3.0%
真空度	<±2.0%	<3.0%

示值误差一般小于2%，也可参照仪器制造厂商给出的技术要求。

### 5.2 真空度与相对冷阱温度漂移

	相对漂移
冷阱温度	<±2.0%
真空度	<±2.0%

## 6 校准条件

### 6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(10~30)℃；

6.1.2 相对湿度：≤70%；

6.1.3 其它：室内应具备良好的防尘措施，仪器应远离振动、电磁干扰。

### 6.2 校准设备

6.2.1 校准装置：用万用表，最小分辨力：温度≤1℃；最大允许误差为±0.25%。



6.2.2 真空计：最小分辨力：真空度 $\leq 0.01$  pka；最大允许误差为 $\pm 0.05\%$ 。

。

## 7 校准项目和校准方法

### 7.1 冷阱温度相对示值误差与测量重复性

将如图1方式将万能表的温度传感器连接到冷冻干燥机的冷阱里面壁上，开压缩机和真空泵预平衡系统1 h，旋钮选到温度档，依次测定30 min、60 min、90 min、120 min冷阱温度，每个校准点分别重复测6次，计算其算术平均值，按公式（1）计算冷阱温度示值误差和根据公式（2）计算相对实验标准 $S_{rel}$ 作为重复性的表征。

$$\Delta T = T - \bar{T} \quad (1)$$

式中：

$\Delta T$ ——冷阱温度示值误差， $^{\circ}\text{C}$

$T$ ——冷冻干燥机显示温度示值， $^{\circ}\text{C}$

$\bar{T}$ ——冷阱温度测定结果平均值， $^{\circ}\text{C}$

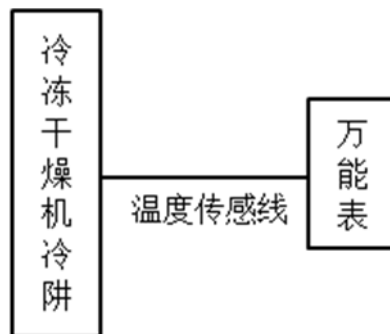


图1 冷阱温度测试示意图

$$S_{rel} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (x_i - \bar{x})^2}{6-1}} \times \frac{1}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

$S_{rel}$ ——重复性，%；

$x_i$ ——第*i*次冷阱温度测量值， $^{\circ}\text{C}$ ；

$\bar{x}$ ——6次测量结果平均值， $^{\circ}\text{C}$ ；

$i$  ——测量序号。

## 7.2 真空度示值误差与测量重复性

如图2方式将真空计连接在真空泵和冷冻干燥机之间的T阀上，开压缩机和真空泵预平衡系统1 h，依次测定30 min、60 min、90 min、120 min真空度，每个校准点分别重复测6次，计算其算术平均值，按公式（3）计算真空度示值误差和根据公式（2）计算相对实验标准 $S_{rel}$ 作为重复性的表征。

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

式中：

$\Delta P$  ——真空度示值误差，KPa

$P$  ——冷冻干燥机显示真空度示值，KPa

$\bar{P}$  ——真空度测定结果平均值，KPa

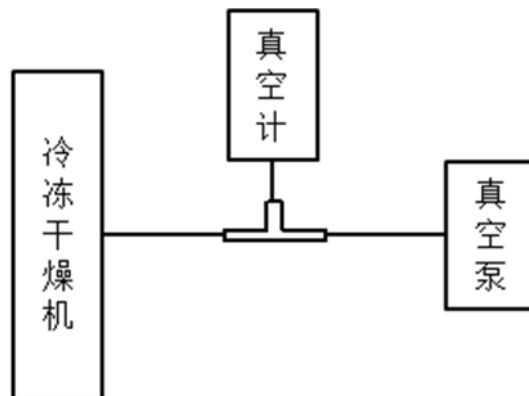


图2 真空度测试示意图

## 7.3 真空度/冷阱温度漂移

按照图1/图2方式将万能表和真空计连接在冷冻干燥机的冷阱里面壁上和真空泵和冷冻干燥机之间的T阀上，开压缩机和真空泵预平衡系统1 h，采用万用表和真空计监测其120 min内的真空度/冷阱温度变化，记录最大值和最小值。按公式（4）计算真空度/冷阱温度的漂移

$$X = X_{max} - X_{min} \quad (4)$$

式中：

$X$ ——真空度/冷阱温度漂移, ( $\text{PKa}/^{\circ}\text{C}$ )

$X_{\max}$ ——最大的真空度/冷阱温度值, ( $\text{PKa}/^{\circ}\text{C}$ )

$X_{\min}$ ——最小的真空度/冷阱温度值, ( $\text{PKa}/^{\circ}\text{C}$ )

## 8 校准结果表达

### 8.1 校准结果处理

经校准后的冷冻干燥机应填发校准证书, 校准证书应符合 JJF 1071—2010 中 5.12 的要求, 并给出各校准项目名称和测量结果以及扩展不确定度。

### 8.2 校准结果的测量不确定度

冷冻干燥机校准结果的不确定度按 JJF 1059.1—2012 的要求评定, 示值误差的不确定度及评定示例见附录 A。

## 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时间间隔, 建议不超过1年。

## 附录 A

## 示值误差测量结果的不确定度评定示例

以冷阱温度的示值误差为例，进行不确定度的分析和评定。

## 1. 冷阱温度示值误差的数学模型

$$\Delta T = T - \bar{T}$$

式中：

$\Delta T$ ——冷阱温度示值误差，℃

$T$ ——冷冻干燥机显示温度示值，℃

$\bar{T}$ ——冷阱温度测定结果平均值，℃

## 2. 不确定度来源

不确定度的来源包括测量重复性引入的不确定度和万用表热电偶本身引入的不确定度。

## 2.1 测量重复性的不确定度评定

将万能表的温度传感器连接到冷冻干燥机的冷阱里面壁上，开压缩机和真空泵预平衡系统 1 h，旋钮选到温度档，依次测定 30 min、60 min、90 min、120 min 冷阱温度，每个校准点分别重复测定 6 次电压数据，测量重复性的不确定度采用 A 类方法评定，计算其标准偏差  $s_p$  为

$$S_p = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (D1)$$

则冷阱温度的示值误差 A 类不确定度  $u_A$  为：

$$u_A = \frac{S_p}{\sqrt{n}} \dots\dots\dots (D2)$$

式中：

$s_p$ ——冷阱温度测量值的标准偏差

$n$ ——测量次数

表 D.1 冷阱温度示值误差测定结果

时间 (min)	显示温度 (℃)	实测温度 (℃)						平均值
30	-78.6	-74.8	-74.9	-74.8	-75.0	-75.0	-75.1	-74.93
60	-80.2	-78.9	-78.9	-79.0	-79.1	-79.1	-79.2	-79.03

90	-82.1	-81.8	-81.8	-81.9	-82.0	-82.1	-82.1	-81.95
120	-82.6	-82.4	-82.4	-82.5	-82.5	-82.6	-82.6	-82.50

以表D.1中的120 min冷阱温度数据为例，由公式D1和D2计算120 min冷阱温度的A类不确定度为：

$$u_A = \frac{S_p}{\sqrt{n}} = \frac{0.089}{\sqrt{6}} = 0.0365 \text{ } ^\circ\text{C}$$

## 2.2 万用表热电偶本身引入的不确定度分量计算

采用的万用表热电偶本身给出的精度为2%，采用B类方法评定，则万用表热电偶本身引入的不确定度分量为：

$$u_B = \frac{82.5 \times 2\%}{2} = 0.825$$

## 3. 合成标准不确定度

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} = \sqrt{0.0365^2 + 0.825^2} = 0.682$$

## 4. 扩展不确定度

取  $k=2$ ，则 120 min 之后冷阱温度的校准结果的扩展不确定度为：

$$U = k u_c = 2 \times 0.682 = 1.364$$

## 附录B

## 校准原始记录格式

(推荐性表格)

送检单位: \_\_\_\_\_ 校准日期: \_\_\_\_\_ 年 \_\_\_\_\_ 月 \_\_\_\_\_ 日

仪器名称: \_\_\_\_\_ 制造厂: \_\_\_\_\_

型号: \_\_\_\_\_ 出厂编号: \_\_\_\_\_

证书编号: \_\_\_\_\_ 环境温度: \_\_\_\_\_ °C 相对湿度: \_\_\_\_\_ %RH

## 1. 冷阱温度示值误差

冷阱温度示值误差 (°C)								
时间 (min)	实测值						平均值	示值 误差
30								
60								
90								
120								

## 2. 真空度示值误差

真空度示值误差 (PKa)								
时间 (min)	实测值						平均值	示值 误差
30								
60								
90								
120								

## 3. 冷阱温度/真空度漂移

	最大值	最小值	漂移
冷阱温度 (°C)			
真空度 (PKa)			

## 4. 冷阱温度/真空度测量重复性

	1	2	3	4	5	6	RSD
冷阱温度 (°C)							
真空度 (PKa)							

校准员: \_\_\_\_\_ 核验员: \_\_\_\_\_

## 附录 C

## 校准证书内页推荐格式

推荐的冷冻干燥机校准证书的内页格式见表E.1

表E.1 校准证书内页推荐格式

校准结果		共 页 第 页
一、冷阱温度示值误差：		
设定值	测定值	示值误差
二、真空度示值误差：		
设定值	测定值	示值误差
三、冷阱温度漂移（℃）：_____。		
四、真空度漂移（KPa）：_____。		
五、冷阱温度测量重复性（%）：_____；真空度测量重复性（%）： _____。		
以下空白		