



# 内蒙古自治区地方计量技术规范

JJF (蒙) 074—2024

## 真空冻干机校准规范

Calibration Specification for Vacuum Freeze Dryer

2024-03-01 发布

2024-06-01 实施

内蒙古自治区市场监督管理局 发布

# 真空冻干机校准规范

Calibration Specification for  
Vacuum Freeze Dryer

JJF (蒙) 074—2024

归口单位：内蒙古自治区市场监督管理局

主要起草单位：赤峰市产品质量检验检测中心

参加起草单位：北京林电伟业电子科技有限公司

本规范条文由主要起草单位负责解释

**本规范主要起草人：**

王 枫（赤峰市产品质量检验检测中心）

王德文（赤峰市产品质量检验检测中心）

胡建宇（赤峰市产品质量检验检测中心）

**参加起草人：**

朱 娟（北京林电伟业电子技术有限公司）

陈志强（赤峰市产品质量检验检测中心）

# 目 录

引言.....	(II)
1 范围 .....	(1)
2 引用文件 .....	(1)
3 术语和计量单位 .....	(1)
3.1 术语.....	(1)
3.2 计量单位.....	(2)
4 概述 .....	(2)
5 计量特性 .....	(2)
6 校准条件 .....	(3)
6.1 环境条件.....	(3)
6.2 负载条件.....	(3)
6.3 测量标准及其他设备.....	(3)
7 校准项目和校准方法 .....	(3)
7.1 校准项目.....	(3)
7.2 校准前准备.....	(4)
7.3 校准方法.....	(5)
7.4 数据处理.....	(6)
8 校准结果表达 .....	(8)
9 复校时间间隔 .....	(8)
附录 A 冻干机校准原始记录参考格式 .....	(9)
附录 B 冻干机校准证书内页参考格式 .....	(12)
附录 C 冻干机校准结果不确定度评定示例 .....	(13)
附录 D 冻干机校准曲线设置示例 .....	(19)

# 引 言

JJF1071—2010 《国家计量校准规范编写规则》和 JJF 1059.1—2012 《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范编写的基础性规范。

本规范为首次制定。

# 真空冻干机校准规范

## 1 范围

本规范适用于温度范围(-55~60) °C、真空度范围(0.5~100) Pa 的真空冻干机计量性能的校准, 其他冻干设备也可参照本规范进行校准。

## 2 引用文件

JJF 1001—2011 通用计量术语及定义

JJF 1008—2008 压力计量名词术语及定义

JJF 1101—2019 环境试验设备温度、湿度参数校准规范

GB/T 3163 真空技术 术语

JB/T 20032 药用真空冷冻干燥机

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

### 3.1 术语

JJF 1008—2008、JJF 1101—2019、GB/T 3163、JB/T 20032 界定的以及下列术语和定义适用于本规范。

#### 3.1.1 真空冷冻干燥 vacuum freeze-drying

将被干燥的含水物料冷冻到其共晶点温度以下, 凝固为固态后, 在适当的真空度下逐渐升温, 利用水的升华性能使冰直接升华为水蒸汽, 再利用冷凝器将水蒸汽冷凝, 使物料低温脱水而达到干燥目的的技术。

#### 3.1.2 搁板 shelf

真空冷冻干燥机工作空间内用于放置产品的板层。

#### 3.1.3 搁板温度均匀度 shelf temperature uniformity

真空冷冻干燥机稳定状态下, 搁板各测量点在某一瞬时任意两点温度之间的最大差值。

#### 3.1.4 搁板温度偏差 shelf temperature deviation

真空冷冻干燥机达到稳定状态下,搁板各测量点实测最高温度和最低温度与设定温度的上下偏差,温度偏差包括上偏差和下偏差。

### 3.1.5 真空度 working pressure

处于真空状态下的气体稀薄程度的习惯用语。

### 3.1.6 绝对压力 absolute pressure

以完全真空作参考点的压力。

### 3.1.7 真空泄漏率 leak rate of vacuum system

真空系统关闭后,在单位时间内,外界气体通过孔隙等进入冻干室的气体量。

## 3.2 计量单位

温度:单位名称为摄氏度,符号为 $^{\circ}\text{C}$ ;

时间:单位名称为秒,符号为 s;

真空度:单位名称为帕,符号为 Pa;

真空泄漏率:单位名称为帕立方米每秒,符号为  $\text{Pa m}^3/\text{s}$ 。

## 4 概述

真空冷冻干燥机(以下简称冻干机)是采用真空冷冻干燥技术,广泛应用于在医药、生物制品、血液制品、活性物质等领域的设备,其原理是在高真空状态下,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汽被除去,从而达到冷冻干燥的目的。冻干机通常由冻干室、冷凝器、制冷系统、真空系统、硅油循环系统、液压气动系统、电气控制系统、在位清洗系统/灭菌系统等组成。

## 5 计量特性

冻干机的计量特性见表 1。

表 1 冻干机温度、真空参数的技术要求

校准项目	技术要求
降温时间	$<2\text{h}$ (室温降至 $-50^{\circ}\text{C}$ )
搁板温度均匀度	$2.0^{\circ}\text{C}$
搁板温度偏差	$\pm 2.0^{\circ}\text{C}$
真空度相对偏差	$\pm 30\%$
绝对压力	$\leq 2.7\text{ Pa}$
真空泄漏率	$\leq 0.025\text{ Pa m}^3/\text{s}$

注:以上所有指标不用于合格性判定,仅供参考。

## 6 校准条件

### 6.1 环境条件

温度：15 °C～35 °C；

相对湿度：不大于 85%；

冻干机周围应无影响校准结果的其他因素。

### 6.2 负载条件

校准是在空载条件下进行的。也可根据用户需要或实际情况在其他负载条件下进行，但应说明负载的情况。

### 6.3 测量标准及其他设备

#### 6.3.1 测量标准

通常采用温度记录器、真空记录器等作为测量标准。温度记录器数量根据冻干机搁板层数进行配置，通常每层搁板不少于 5 个。真空记录器数量不少于 3 个，可根据冻干机搁板层数不同适当增加、减少测量点。

#### 6.3.2 技术指标要求

测量标准技术指标要求见表 2。

表 2 测量标准技术指标

序号	名称	测量范围	技术要求
1	温度记录器	(-60~80) °C	分辨力：不低于 0.01 °C 最大允许误差：±0.15 °C
2	真空记录器	(0.5~100) Pa	(0.5~2) Pa：最大允许误差±30% (2~100) Pa：最大允许误差±15%
3	时间记录器	/	分辨力：不低于 1 s 最大允许误差：±1s/h

注：1、标准器应带存储或具有无线传输功能。  
2、校准时可选用表中所列的测量标准，也可以选用不确定度符合要求的其他测量标准。

## 7 校准项目和校准方法

### 7.1 校准项目

校准项目见表 3



表 3 校准项目表

序号	校准项目名称
1	降温时间
2	搁板温度均匀度
3	搁板温度偏差
4	真空度相对偏差
5	绝对压力
6	真空泄漏率

## 7.2 校准前准备

7.2.1 设定温度记录器、真空记录器的采样时间间隔，一般设置为 2 min。也可根据设备运行状况和用户校准需求确定。

注：测量标准放置前需对记录器进行消毒处理。

### 7.2.2 测量点位置

温度测量点应布置在除顶层搁板以外的各层搁板表面，并与搁板充分接触导热。布点位置为搁板四角和几何中心，每层搁板一般布置 5 个温度测试点，四角测量点位应靠近每层搁板硅油进口、出口位置，与搁板边缘的距离为各边长的 1/10。真空测量点应放置在除顶层搁板以外，均匀分布在最接近上、中、下搁板的中部位置。

### 7.2.3 测量点数量

搁板层数小于等于 6 层时，每层搁板一般布置 5 个温度测量点，冻干机真空测量点为 3 个；大于 6 层时，可根据实际情况或用户需求调整测量点数量并图示说明。

以 4 层搁板为例，温度测量点用 1、2、3.....数字表示，真空测量点用 P1、P2、P3 字母表示，布点位置示意图如图 1 所示。

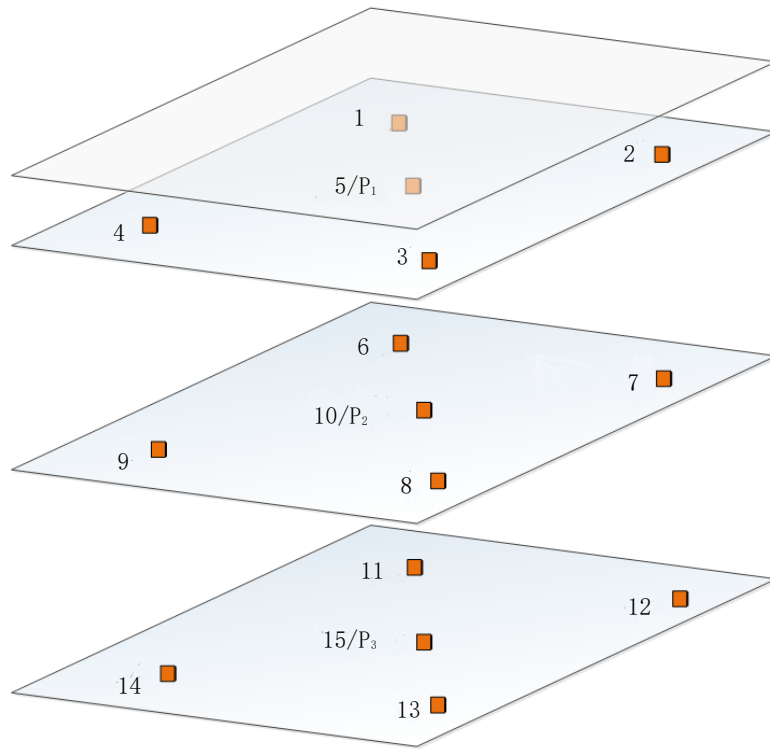


图1 布点位置示意图

### 7.3 校准方法

#### 7.3.1 外观检查

校准前对冻干机外观进行检查，不应有影响校准结果的缺陷。冻干机的冻干室内搁板表面应光滑，不得有凹陷和毛刺等缺陷，并确保冻干室为干燥状态。

#### 7.3.2 降温时间

在室温常压状态下设置目标温度为 $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，启动冻干机的控温程序并记录起始时间，当任一层中心点实际温度达到 $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，记录此过程的降温时间。

#### 7.3.3 搁板温度均匀度、搁板温度偏差、真空度相对偏差

a) 降温时间校准完成后，在常压状态下，保持设定温度为 $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的控温状态，至少保持 $120\text{ min}$ ，搁板温度达到稳定状态后，记录温度测量点 $30\text{ min}$ 内的16组数据。

b) 设置目标温度为 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，设置目标真空度为 $10\text{ Pa}$ ，启动真空系统，打开隔离阀，冻干机达到设定值至少保持 $90\text{ min}$ ，达到稳定状态后，记录温度测量点和真空测量点 $30\text{ min}$ 内的16组数据。

c) 温度保持在 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，设置目标真空度为 $50\text{ Pa}$ ，冻干机达到设定值至少保持 $10\text{ min}$ ，达到稳定状态后，记录真空测量点 $30\text{ min}$ 内的16组数据。

d) 目标温度保持在 0 °C，真空度降为 10 Pa 后，设置目标温度为 50 °C，冻干机达到设定值至少保持 90 min，达到稳定状态后，记录温度测量点 30 min 内的 16 组数据。

#### 7.3.4 绝对压力

7.3.3 校准过程完成后，设置目标温度为 25 °C，设置目标真空度为 0 Pa，冻干机达到设定值至少保持 30 min，冻干机达到稳定的最低真空度，记录此时的真空度值。

#### 7.3.5 真空泄漏率

7.3.4 校准过程完成后，关闭隔离阀，关闭真空系统，记录真空度随时间的变化曲线，记录时间不少于 30 min。

注：上述校准项目可采用设置冻干校准曲线的方法，按程序运行，干机校准曲线图示，设置示例见附录 D。

### 7.4 数据处理

#### 7.4.1 降温时间

$$\Delta t_c = t_2 - t_1 \quad (1)$$

式中：

$\Delta t_c$ ——降温时间，s；

$t_1$ ——降温起始时刻；

$t_2$ ——任一层中心点温度达到-50 °C 的时刻。

#### 7.4.2 搁板温度均匀度

冻干机在稳定状态下，所有搁板各温度测量点在 30 min 内，每次测量的最高温度与最低温度之差的最大值作为搁板温度均匀度校准结果。

$$\Delta T_u = \max (T_{imax} - T_{imin} ) \quad (2)$$

式中：

$\Delta T_u$ ——搁板温度均匀度，°C；

$T_{imax}$ ——第 i 次测量搁板上各温度测量点测得的最高温度，°C；

$T_{imin}$ ——第 i 次测量搁板上各温度测量点测得的最低温度，°C。

#### 7.4.3 搁板温度偏差

$$\Delta T_{max} = T_{max} - T_S \quad (3)$$

$$\Delta T_{min} = T_{min} - T_S \quad (4)$$

式中:

$\Delta T_{max}$ ——搁板温度上偏差, °C;

$\Delta T_{min}$ ——搁板温度下偏差, °C;

$T_{max}$ ——各温度测量点规定时间内测量的最高温度, °C;

$T_{min}$ ——各温度测量点规定时间内测量的最低温度, °C;

$T_s$ ——设定温度, °C。

#### 7.4.4 真空度相对偏差

$$\delta = \frac{P_s - \bar{P}}{\bar{P}} \times 100\% \quad (5)$$

式中:

$\delta$ ——真空度相对偏差, %;

$P_s$ ——设定真空度, Pa;

$\bar{P}$ ——各真空测量点规定时间内测量的真空度平均值, Pa。

#### 7.4.5 绝对压力

$$P_{min} = \min(P_{1i}, P_{2i}, P_{3i}) \quad (6)$$

式中:

$P_{min}$ ——冻干机的绝对压力, Pa;

$P_{1i}$ ——真空记录器 1 第 i 次测量的真空度, Pa;

$P_{2i}$ ——真空记录器 2 第 i 次测量的真空度, Pa;

$P_{3i}$ ——真空记录器 3 第 i 次测量的真空度, Pa。

#### 7.4.6 真空泄漏率

$$Q = \frac{(P_e - P_0)V}{t_e - t_0} \quad (7)$$

式中:

$Q$ ——冻干机的真空泄漏率, Pa · m<sup>3</sup> /s;

$t_e$ ——真空度随时间变化曲线中, 线性段终止时刻;

$t_0$ ——真空度随时间变化曲线中, 线性段起始时刻;

$P_e$ ——时间为 $t_e$ 时真空度, Pa;

$P_0$ ——时间为 $t_0$ 时真空度, Pa;

$V$ ——冻干室的标称容积,  $m^3$ 。

## 8 校准结果表达

经校准的冻干机出具校准证书, 校准证书至少应包括以下信息:

- 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相关时, 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) 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性的声明;
- p) 实验室仅对加印实验室校准专用章的完整证书负责。未经实验室书面批准, 不得部分复制校准证书的声明。

校准原始记录格式见附录 A, 校准证书(报告)内页格式见附录 B, 冻干机校准不确定度按 JF 1059.1—2012 的要求评定, 评定示例见附录 C。

## 9 复校时间间隔

建议复校间隔时间为一年, 用户可根据实际使用情况确定复校时间间隔。

## 附录 A

## 冻干机校准原始记录参考格式

记录编号: \_\_\_\_\_ 证书编号: \_\_\_\_\_  
 委托单位: \_\_\_\_\_ 客户联络信息: \_\_\_\_\_  
 仪器名称: \_\_\_\_\_ 制 造 厂: \_\_\_\_\_  
 型号规格: \_\_\_\_\_ 出 厂 编 号: \_\_\_\_\_  
 校准地点: \_\_\_\_\_ 环境温度: \_\_\_\_\_ °C 环境相对湿度: \_\_\_\_\_ %  
 校准依据:

标准器名称	测量范围	准确度等级/最大允许误差/ 不确定度	证书编号	证书有效期

校准数据:

## 1、降温时间:

起始温度: \_\_\_\_\_ °C ; 起始时刻: \_\_\_\_\_

目标温度: \_\_\_\_\_ °C ; 终止时刻: \_\_\_\_\_

降温时间: \_\_\_\_\_ s

## 2、搁板温度均匀度、搁板温度偏差

设定温度: \_\_\_\_\_ °C 设定真空度: \_\_\_\_\_ Pa

次数	实测温度值/ °C															$T_{imax}$	$T_{imin}$	
	第 1 层					第 2 层					第 m 层							
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	...	...	...	...	5*m			
1																		

(续)

次数	实测温度值/°C															$T_{i\max}$	$T_{i\min}$
	第1层					第2层					第m层						
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	...	...	...	...	5*m		
2																	
3																	
.....																	
16																	
搁板温度 均匀度 $\Delta T_u / ^\circ\text{C}$																	
搁板温度 上偏差 $\Delta T_{\max} / ^\circ\text{C}$																	
搁板温度 下偏差 $\Delta T_{\min} / ^\circ\text{C}$																	

## 3、真空度相对偏差

设定温度：\_\_\_\_\_ °C      设定真空度：\_\_\_\_\_ Pa

次数	实测真空度/Pa		
	$P_{1i}$	$P_{2i}$	$P_{3i}$
1			
2			
3			
.....			
16			
平均值 $\bar{P} / \text{Pa}$			
真空度相对偏差 $\delta$			

(续)

## 4、绝对压力

次数	实测真空度/ Pa		
	$P_{1i}$	$P_{2i}$	$P_{3i}$
1			
2			
3			
……			
16			
绝对压力 $P_{\min}$ / Pa			

## 5、真空泄漏率

次数	记录时间/ min	温度/ °C	真空度/ Pa
1			
2			
3			
……			
16			
线性段起始时刻 $t_0$ / min		线性段终止时刻 $t_e$ / min	
$t_0$ 时真空度 $P_0$ / Pa		$t_e$ 时真空度 $P_e$ / Pa	
冻干室标称容积 $V$ / m <sup>3</sup>		真空泄漏率 $Q$ / Pa m <sup>3</sup> s	

校准员：\_\_\_\_\_ 核验员：\_\_\_\_\_ 校准日期：\_\_\_\_\_



## 附录 B

## 冻干机校准证书内页参考格式

## 校准结果

1. 布点示意图如 B.1 所示。

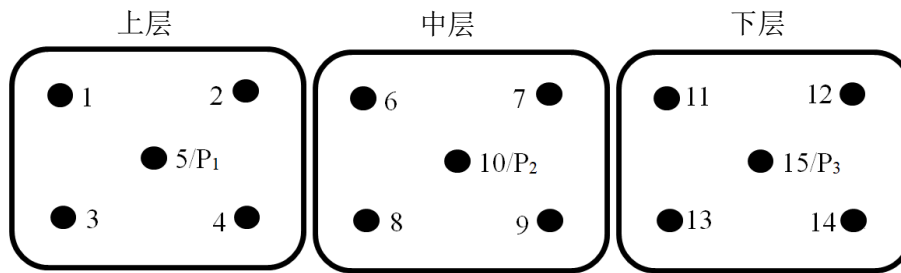


图 B.1 布点示意图

2. 校准结果:

(1) 降温时间: \_\_\_\_\_ s

(2) 温度参数校准结果:

校准项目	设定温度 °C	设定真空度 Pa	校准结果 °C	校准结果不确定度 $U(k=2)/°C$
搁板温度均匀度				
搁板温度偏差				

(3) 真空参数校准结果

校准项目	设定温度 °C	设定真空度 Pa	校准结果 Pa	校准结果不确定度 $U(k=2)/Pa$
真空度相对偏差				

(4) 绝对压力校准结果

校准项目	校准结果 Pa
绝对压力	

(5) 真空泄漏率校准结果

校准项目	校准结果 $Pa\ m^3/s$	校准结果不确定度 $U(k=2)/Pa$
真空泄漏率		

--以下空白--

## 附录 C

## 冻干机校准结果不确定度评定示例

## C.1 搁板温度偏差校准结果不确定度

C.1.1 被校对象：冻干机，搁板层数：4层（包含顶层搁板），校准温度点：0℃。

C.1.2 测量标准：采用无线温度记录器，温度指示分辨力：0.01℃，最大允许误差：±0.15℃。

C.1.3 校准方法：

按照本规范 7.2.2, 7.2.3 的要求，如图 1 所示布放温度记录器。冻干机设定温度值：0.0℃，启动真空系统，打开隔离阀，真空度趋于平衡后，冻干机在 0℃达到稳定状态后，记录 30 min 内数据，记录时间间隔为 2 min。读取测量数据，计算搁板温度偏差。

由于上偏差与下偏差、以及搁板温度均匀度不确定度来源相同，本规范仅以温度上偏差为例进行不确定度评定。

C.1.4 测量模型

温度上偏差公式：

$$\Delta T_{max} = T_{max} - T_s \quad (\text{C.1.1})$$

式中： $\Delta T_{max}$ ——搁板温度上偏差，℃；

$T_{max}$ ——各温度测量点规定时间内测量的最高温度，℃；

$T_s$ ——设定温度，℃。

C.1.5 各输入量的标准不确定度的评定

不确定度主要来源：温度记录器对被校准对象测量重复性引入的标准不确定度分量；温度记录器分辨力引入的标准不确定度分量；温度记录器最大允许误差引入的标准不确定度分量。

C.1.5.1 测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(T_{max})$

设定温度点为 0℃，设定真空度为 10 Pa，对被校设备的搁板温度进行 10 次重复测量得到测量值如表 C.1.1：

表 C.1.1 温度测量值

测量次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均值
数据/℃	0.64	0.69	0.70	0.67	0.72	0.58	0.70	0.73	0.69	0.66	0.68

测量的实验标准差为：

$$s=0.04\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$u_1(T_{max}) = 0.04\text{ }^{\circ}\text{C}$$

#### C.1.5.2 温度记录器分辨力引入的标准不确定度分量 $u_2(T_{max})$

温度记录器的分辨力为  $0.01\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，不确定度区间半宽  $0.005\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，服从均匀分布，则分辨力引入的标准不确定度分量：

$$u_2(T_{max}) = \frac{0.005^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}} = 0.003\text{ }^{\circ}\text{C}$$

测量重复性引入的标准不确定度分量与标准器分辨力引入的标准不确定度分量属于同一种效应导致的不确定度，为避免重复计算，应取其中较大影响分量 $u_1(T_{max})$ ，而舍弃 $u_2(T_{max})$

#### C.1.5.3 温度记录器最大允许误差引入的标准不确定度分量 $u_3(T_{max})$

温度记录器最大允许误差： $\pm 0.15\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，区间半宽即为  $0.15^{\circ}\text{C}$ ，假设均匀分布，则最大允许误差引入的标准不确定分量：

$$u_3(T_{max}) = \frac{0.15^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}} = 0.087\text{ }^{\circ}\text{C}$$

#### C.1.6 标准不确定度分量汇总表见表 C.1.2

表 C.1.2 冻干机搁板温度上偏差标准不确定度分量汇总表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度值/ $^{\circ}\text{C}$	灵敏系数 $c$
$u_1(T_{max})$	测量重复性引入的标准不确定度分量	0.04	1
$u_3(T_{max})$	温度记录器最大允许误差引入的标准不确定度分量	0.087	

#### C.1.7 合成标准不确定度计算

$$u_c = \sqrt{[cu_1(T_{max})]^2 + [cu_3(T_{max})]^2} = 0.096\text{ }^{\circ}\text{C}$$

#### C.1.8 扩展不确定度计算

取包含因子  $k=2$ ，搁板温度上偏差扩展不确定度： $U=ku_c=0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

### C.2 工作真空度相对偏差校准结果不确定度

C.2.1 被校对象：冻干机，搁板层数：4层（包含顶层搁板），校准真空度： $10\text{ Pa}$ 。

C.2.2 测量标准：采用无线真空记录器，分辨力  $0.01\text{ Pa}$ ，最大允许误差： $\pm 10\%$

C.2.3 校准方法：

按照本规范 7.2.2, 7.2.3 的要求, 如图 1 所示布放记录器。冻干机设定温度值: 0.0 °C, 设定真空度 10 Pa, 启动真空系统, 打开隔离阀, 真空度趋于平衡后, 搁板温度在 0 °C 达到稳定状态后, 记录 30 min 内数据, 记录时间间隔为 2 min。读取测量数据, 计算工作真空度相对偏差。

#### C.2.4 测量模型

$$\delta = \frac{P_s - \bar{P}}{\bar{P}} \times 100\% \quad (\text{C.2.1})$$

式中:  $\delta$ ——工作真空度相对偏差, %;

$P_s$ ——设定真空度, Pa;

$\bar{P}$ ——各真空测量点规定时间内测量的真空度平均值, Pa。

$u(\bar{P})$ 对应的灵敏系数 $c$ :

$$c = \frac{\partial \delta}{\partial \bar{P}} = -\frac{P_s}{\bar{P}^2} \quad (\text{C.2.2})$$

#### C.2.5 各输入量的标准不确定度分量评定

不确定度来源: 真空标准器最大允许误差引入的标准不确定度分量; 真空记录器对被校对象测量重复性引入的标准不确定度分量; 真空记录器分辨力引入的标准不确定度分量。

##### C.2.5.1 真空记录器最大允许误差引入的标准不确定度分量 $u_1(\bar{P})$

0 °C时, 真空记录器在 10 Pa 的最大允许误差是 ±10%, 区间半宽为 1Pa, 假设为均匀分布, 则标准不确定度分量为:

$$u_1(\bar{P}) = \frac{1\text{Pa}}{\sqrt{3}} = 0.58 \text{ Pa}$$

##### C.2.5.2 测量重复性引入的标准不确定度分量 $u_2(\bar{P})$

在 0 °C时, 对 $\bar{P}$ 进行 10 组重复测量, 测量数据如表 C.3.1 所示。

表 C.2.1  $\bar{P}$ 测量重复性数据

测量次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
数据/Pa	10.47	10.91	11.61	12.11	12.08	10.91	11.61	11.02	10.78	12.45

计算的实验标准差为:  $s=0.67 \text{ Pa}$ , 即测量引入的重复性分量 $u_2(\bar{P})=0.67 \text{ Pa}$

##### C.2.5.3 真空记录器分辨力引入的标准不确定度分量 $u_3(\bar{P})$

真空记录器在 10 Pa 时的分辨力为 0.01 Pa, 不确定度区间半宽 0.005 Pa, 服从均匀

分布, 则分辨力引入的标准不确定度分量为 $u_3(\bar{P})=0.0029\text{ Pa}$ 。

测量重复性引入的标准不确定度分量与标准器分辨力引入的标准不确定度分量属于同一种效应导致的不确定度, 为避免重复计算, 应取其中较大影响分量 $u_2(\bar{P})$ , 而舍弃 $u_3(\bar{P})$ 。

### C.2.6 标准不确定度分量一览表

工作真空度相对偏差标准不确定度分量汇总表见表 C.3.2。

表 C. 2. 2 标准不确定度分量一览表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度/ Pa	灵敏系数 $c$ $\text{Pa}^{-1}$
$u_1(\bar{P})$	真空记录器最大允许误差引入的标准不确定度分量	0.58	-0.076
$u_2(\bar{P})$	测量重复性引入的标准不确定度分量	0.67	

### C.2.7 合成标准不确定度计算

$$u_c = \sqrt{c^2 u_1^2(\bar{P}) + c^2 u_2^2(\bar{P})} = 6.7\%$$

### C.2.8 扩展不确定度计算

取包含因子  $k=2$ , 工作真空度相对偏差扩展不确定度:

$$U(\delta) = k u_c = 14\%$$

## C. 3 真空泄漏率校准结果不确定度

### C.3.1 校准方法:

按照本规范 7.2.2, 7.2.3 的要求, 如图 1 所示布放记录器。冻干机设定温度值:  $25\text{ }^\circ\text{C}$ , 设定真空度  $0\text{ Pa}$ , 启动真空系统, 打开隔离阀, 待真空度趋于稳定后, 关闭冻干机隔离阀关闭真空系统, 测量真空度随时间的变化。

### C.3.2 测量模型

$$Q = \frac{(P_e - P_0)V}{t_e - t_0} \quad (\text{C.3.1})$$

式中:  $Q$ ——冻干机的真空泄漏率,  $\text{Pa m}^3\text{s}$ ;

$t_e$ ——真空度随时间变化曲线中, 线性段终止时刻;

$t_0$ ——真空度随时间变化曲线中, 线性段起始时刻;

$P_e$ ——时间为  $t_e$  时真空度,  $\text{Pa}$ ;

$P_0$ ——时间为  $t_0$  时真空度, Pa;

$V$ ——冻干室的标称容积,  $7.5\text{m}^3$ ;

根据测量模型 (C.4.1), 设  $\Delta P = P_e - P_0$ ,  $\Delta t = t_e - t_0$ 。因  $\Delta P$ 、 $\Delta t$  不相关, 则真空泄漏率校准结果的不确定度为:

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u^2(\Delta P) + c_2^2 u^2(\Delta t)} \quad (\text{C.3.2})$$

$u(\Delta P)$  和  $u(\Delta t)$  对应的灵敏系数分别为  $c_1$  和  $c_2$

$$c_1 = \frac{\partial Q}{\partial(\Delta P)} = \frac{V}{\Delta t} \quad (\text{C.3.3})$$

$$c_2 = \frac{\partial Q}{\partial(\Delta t)} = -\frac{\Delta P V}{(\Delta t)^2} \quad (\text{C.3.4})$$

### C.3.3 各输入量的标准不确定度分量评定

不确定度来源:  $\Delta P$  重复测量引入的标准不确定度分量; 真空记录器分辨力引入的标准不确定度分量; 真空记录器最大允许误差引入的标准不确定度分量; 时间记录最大允许误差引入的标准不确定度分量。

#### C.3.3.1 $\Delta P$ 重复测量引入的标准不确定度分量 $u_1(\Delta P)$

根据贝塞尔公式对  $\Delta P$  重复测量 10 次, 数据见表 C.3.1

表 C.3.1  $\Delta P$  测量数据

测量次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$P_0/\text{Pa}$	1.93	1.81	2.26	1.71	2.05	2.08	2.10	2.31	2.46	2.56
$P_e/\text{Pa}$	7.96	6.94	7.04	7.33	6.59	7.80	7.42	7.27	7.95	8.50
$\Delta P/\text{Pa}$	6.03	5.13	4.78	5.62	4.54	5.72	5.32	4.96	5.49	5.94

计算的实验标准差为:  $s=0.50\text{ Pa}$ , 即测量引入的重复性分量  $u_1(\Delta P) = 0.50\text{ Pa}$

#### C.3.3.2 真空记录器分辨力引入的标准不确定度分量 $u_2(\Delta P)$

真空记录器的分辨力为  $0.01\text{ Pa}$ , 不确定度区间半宽  $0.005\text{ Pa}$ , 服从均匀分布, 则分辨力引入的标准不确定度分量为  $u_2(\Delta P)=0.0029\text{ Pa}$ :

测量重复性引入的标准不确定度分量与标准器分辨力引入的标准不确定度分量属于同一种效应导致的不确定度, 为避免重复计算, 应取其中较大影响分量  $u_1(\Delta P)$

#### C.3.3.3 真空记录器最大允许误差引入的标准不确定度分量 $u_3(\Delta P)$

真空记录器在  $(2\sim 100)\text{ Pa}$  的最大允许误差是  $\pm 10\%$ ,  $P_0 = 2.13\text{ Pa}$  时区间半宽为  $0.213\text{ Pa}$ , 假设为均匀分布:

$$u(P_0) = \frac{0.213\text{ Pa}}{\sqrt{3}} = 0.12\text{ Pa}$$

$P_e = 5.35 \text{ Pa}$  时区间半宽为  $0.535 \text{ Pa}$ ，假设为均匀分布：

$$u(P_e) = \frac{0.535 \text{ Pa}}{\sqrt{3}} = 0.31 \text{ Pa}$$

$$u_3(\Delta P) = \sqrt{u^2(P_0) + u^2(P_e)} = 0.33 \text{ Pa}$$

#### C.3.3.4 时间记录器最大允许误差引入的标准不确定度分量 $u(\Delta t)$

时间记录器最大允许误差  $\pm 1 \text{ s/h}$ ，升压时间  $30 \text{ min}$  进行计算，区间半宽为  $0.5 \text{ s}$ ，假设均匀分布，

$$u(\Delta t) = \frac{0.5 \text{ s}}{\sqrt{3}} = 0.29 \text{ s}$$

#### C.3.4 标准不确定度分量一览表

真空泄漏率标准不确定度分量汇总表见表 C.3.2。

表 C.3.2 标准不确定度分量一览表

标准不确定度分量		不确定度来源	标准不确定度	灵敏系数 $c_i$
$u(\Delta P)$	$u_1(\Delta P)$	对 $\Delta P$ 重复性引入的标准不确定度分量	0.50 Pa	0.004 m <sup>3</sup> /s
	$u_3(\Delta P)$	真空记录器最大允许误差引入的标准不确定度分量	0.33 Pa	
$u(\Delta t)$		时间记录器最大允许误差引入的标准不确定度分量	0.29 s	$-1.24 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}^2$

#### C.3.5 合成标准不确定度计算

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u^2(\Delta P) + c_2^2 u^2(\Delta t)} = 0.0024 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$$

#### C.3.6 扩展不确定度计算

取包含因子  $k=2$ ，真空泄漏率扩展不确定度： $U = k u_c = 4.8 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$

## 附录 D

## 冻干机校准曲线设置示例

表 D.1 冻干机校准曲线设置示例

冻干阶段		升降温时间 / min	稳定时间 / min	目标温度 / °C	目标真空度 / Pa
预冻		60	150	-50	/
干燥 过程	一次干燥 (升华干燥)	30	120	0	10
		/	40	0	50
	二次干燥 (解吸干燥)	30	120	50	10
/		/	120	25	0
/		/	60	/	/

注：升降温时间、稳定时间、目标温度和目标真空度均可根据实际需要进行设置。

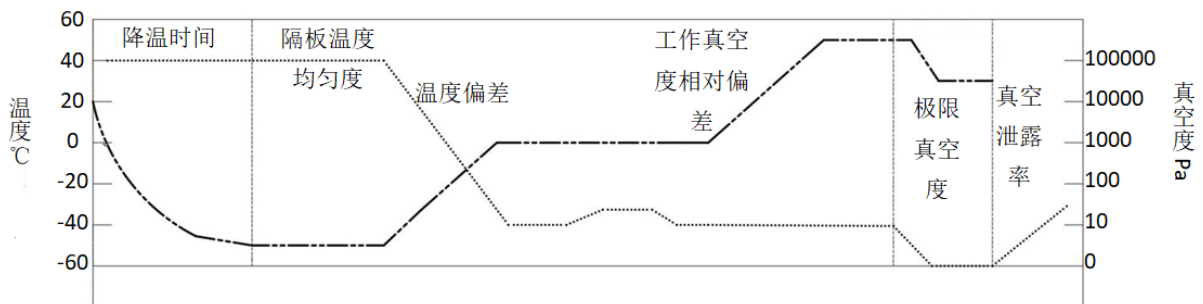


图 D.1 冻干机校准曲线图示



