

附件 1: 分析用天平与称量指导原则公示稿 (第一次)

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11

分析用天平与称量指导原则

称量是药品质量分析实验过程中最常用、最基本的操作步骤。天平是称量操作中关键的仪器设备。按照原理分类,天平可分为机械天平和电子天平。分析用电子天平是为分析实验提供称量应用的、安装有电子装置的用于测定物体质量的仪器。通常情况下,现代药物分析实验中使用的均为电子天平,根据天平的实际分度值 d (或称可读性)可分为精密电子天平和分析级电子天平。本指导原则内容仅适用于药典药品质量分析实验中使用的电子天平和称量操作。药典规定需“精密称定”的操作,首先应满足凡例下精确度的相关要求。在此基础上可参考本指导原则中“灵敏度”和“重复性”性能核查的要求,选择性能合适的电子天平进行“精密称定”操作。

分析用电子天平分类	d 单位为克 (g)
精密电子天平	$10^{-1} \sim 10^{-3}$
分析级电子天平	$\leq 10^{-4}$
-半微量或准微量	10^{-5}
-微量	10^{-6}
-超微量	10^{-7}

12
13

分析用电子天平的仪器确证

电子天平性能的稳定性和可靠性是保证称量数据可靠性的基础,也是保证分析检测数据质量的基础。分析用电子天平原则上应参照分析仪器确证指导原则(指导原则 XXXX)进行仪器确证,保证仪器性能。本指导原则中针对部分关键性能要求进行详细阐述。

18

1. 校准

校准是保持被测物称量结果计量溯源性的一种方式。电子天平的校准须由具备校准资质的天平生产厂家或计量校准机构进行。技术要求可参考《电子天平校准规范》(JJF 1847-2020)执行,校准结果应当包括测量不确定度并且记录在校准证书上。电子天平应根据实际使用需要和风险规定相应的校准周期;当电子天平初次安装或者改变了当前的使用状态时(如移动导致使用

24 环境发生重大变化或任何可能对天平称量性能产生显著影响的维修或维护操
25 作)，应进行校准。

26 2. 校正

27 电子天平的校正，主要是通过给定质量值的外部或者内部砝码赋予该电
28 子天平相应示值的一系列操作。电子天平通常具备外校功能或者内校功能。
29 外校功能是指采用外部标准砝码对天平进行校正；内校功能是指采用电子天
30 平内置的砝码进行校正，触发方式可分为手动触发和自动触发。通过内置砝
31 码校正电子天平，可减少采用外部标准砝码进行日常灵敏度测试的频次，但
32 仍应定期采用外部标准砝码进行灵敏度测试，以便随时监控内置砝码的状态。
33 具体的电子天平校正方法可参考电子天平厂家的说明书或建议的校正流程。
34 建议在当日首次使用电子天平前执行校正操作；若在实际使用过程中出现了
35 数值漂移、误差时或在进行电子天平清洁或水平调整等操作后，需要执行电
36 子天平的校正。

37 3. 性能核查

38 性能核查用于评估电子天平的随机误差和系统误差，分别包括准确度和
39 测量精密度（重复性）测试。若测试结果未超过预先设定的可接受标准，则认
40 为电子天平符合《中国药典》中精密称定操作的使用要求。应根据电子天平实
41 际使用需要和风险规定相应的性能核查周期。

42 (1) 准确度

43 电子天平的准确度是指测试结果与真实值的接近程度，通常反映电子天
44 平的系统误差。准确度主要受灵敏度、偏载误差和线性误差三个参数影响。其
45 中偏载误差和线性误差的影响通常远小于灵敏度的影响，所以性能核查可以
46 只考察灵敏度，其他两个参数可在校准时考察。灵敏度偏差随称量载荷近似
47 线性增加，因此在电子天平的最大称量值附近更为显著。此外，由于在起始测
48 量范围附近，电子天平性能主要受随机误差影响，因此使用质量低于电子天
49 平最大称量值 5%的载荷来评估灵敏度是没有意义的。灵敏度的评估可使用单
50 个砝码，其质量为电子天平最大称量值的 5%~100%。将天平置零，砝码放置
51 于天平称量盘上并记录示值。按下述公式计算，如果公式成立则灵敏度满足
52 要求：

$$\frac{|I-m|}{I} \times 100 \leq 0.05$$

53

54 式中 m 为砝码的标称质量或校准质量；55 I 为电子天平的示值。

56 如果砝码的相对最大允许误差（即砝码的最大允许误差除以其标称质量）

57 不超过灵敏度限度值（0.05%）的三分之一，可直接使用其标称质量。如果无

58 法获得砝码的相对最大允许误差，则必须使用其校准质量进行评估，而且必

59 须确保砝码的不确定度值与其标称质量的比值不大于限度值的三分之一。

60 （2）重复性

61 日常使用中，待测物的净重通常远低于其最大载荷，此时电子天平性能

62 主要受随机误差影响。可通过对电子天平重复性的测定评估随机误差，按以

63 下方法测定重复称量时电子天平示值的标准偏差，并以此计算电子天平的重

64 复性误差。

65 使用单一砝码进行测试，砝码的标称质量应不大于电子天平最大称量值

66 的 5%，当该值小于 100mg 时，可使用 100mg 的砝码进行测试。将天平置零，

67 砝码放置于天平称量盘上并记录示值，重复该步骤至少 10 次。按下述公式计

68 算，如果公式成立则重复性满足要求：

$$\frac{2 \times s}{m_{\text{snw}}} \times 100 \leq 0.10$$

69

70 式中 s 为重复称量所得的天平示值的标准偏差，当 $s < 0.41d$ 时按 $0.41d$ 71 计算（ d 为天平的实际分度值，即可读性）；72 m_{snw} 为最小准确称量值。

73 （3）最小准确称量值和最小样品量

74 最小准确称量值（ m_{snw} ）是满足电子天平的重复性测定标准前提下，可称

75 量的最小样品净重量。电子天平的最小准确称量值可以通过以下公式进行计

76 算：

77

$$m_{\text{snw}} = k \times s / RWT$$

78 式中 k 为包容因子（通常 $k \geq 2$ ）；

79 s 为重复性测定中重复称量所得天平示值的标准偏差，当 $s < 0.41d$
80 时按 $0.41d$ 计算（ d 为天平的分度值，即可读性）；

81 RWT 为准确度限度值。

82 对于精密称定操作，准确度限度值 RWT 为 0.10%；按 95% 的置信区间计
83 算时（ $k=2$ ），该公式可简化为：

$$84 \quad m_{snw} = 2000 \times s,$$

$$85 \quad \text{当 } s < 0.41d \text{ 时 } m_{snw} = 820 \times d$$

86 应注意，最小准确称量值不应包含称量容器的皮重。电子天平的最小准
87 确称量值（ m_{snw} ）是一个计算值，并非常量，会随着重复性测定中标准偏差（ s ）
88 的变化而变化。实际称量操作中，重复性除与仪器状态相关，还受当时的环境
89 条件和操作人员等因素影响而波动。为了降低上述因素对精密称定操作造成
90 的风险，实验室可以在最小准确称量值（ m_{snw} ）的基础上，引入安全系数（ SF ），
91 规定最小样品量（ m_{min} ），以提高称重结果的可靠性，表示如下：

$$92 \quad m_{min} = SF \cdot m_{snw}$$

93 建议的安全系数应不小于 1，因此实际称量的最小样品量（ m_{min} ）应不小
94 于电子天平的最小准确称量值（ m_{snw} ）。

95 4. 期间核查

96 期间核查是测量设备在使用过程中按照规定程序验证其计量特性、功能
97 性和（或）安全性是否持续满足方法要求或规定要求而进行的操作。电子天平
98 期间核查的内容、标准和周期应考虑实际使用情况而制定，如：是否用于称量
99 影响药品质量的关键物质、是否位于整个质量检测中的关键步骤或高风险步
100 骤、使用频次的高低、操作人员的数量，清洁状况等。可参考“性能核查”中
101 的某些或全部项目作为期间核查的方法。对用于精密称定操作的电子天平，
102 期间核查内容应至少包括性能核查要求的所有项目。

103 分析用电子天平的安装、使用和维护

104 为了保持良好的称量性能，保证称量结果的可靠性，电子天平应得到正
105 确的安装、使用和维护。

106 1. 环境要求

1107 电子天平应放置在温度和湿度受控的房间内，应具有稳定的电源且无气
1108 流。天平不得靠近烤箱、加热炉、空调管道、设备或计算机的冷却风扇。天平
1109 的位置应远离窗户，以免阳光直射到天平上。天平不应安装在电磁辐射源附
1110 近，如射频发生器、电机或手持通信设备。

1111 在某些情况下，可能无法将天平放置在最佳环境中。潜在的环境影响包
1112 括以下内容：

1113 (1) 气流 实验室里可能存在的气流影响，在通风柜中进行称量时应有
1114 应对措施；

1115 (2) 温差 实验室中温度变化过大引起的影响，或阳光直射引起温度变
1116 化造成的影响；

1117 (3) 湿度 湿度过高或过低可能引起的称量物品吸水或失水，理想的相
1118 对湿度为 40%~60%。

1119 (4) 振动 相邻作业引起的振动；

1120 (5) 腐蚀 腐蚀性材料在附近使用或进行该类称量；

1121 (6) 磁场 附件设备的磁场干扰；

1122 (7) 静电 湿度过低时会增加静电的积聚（除特殊情况下）。

1123 当电子天平放置环境存在上述可能造成影响的因素时，应对电子天平的
1124 称量性能进行确认。

1125 2. 电子天平的安装

1126 电子天平的性能取决于安装天平的条件，安装天平之前应查阅制造商提
1127 供的信息。电子天平应安装在坚固、水平、无磁性的称量台上（例如，落地式
1128 花岗岩称重台），以最大限度地减少振动的传播。如果使用金属称量台，则应
1129 将表面接地，以防止静电积聚。

1130 3. 电子天平的使用

1131 根据被称量样品的重量范围和称量精度的要求，选择适宜的天平；在使
1132 用天平前，应检查天平是否处于正常可用状态，确保用于指示水平的水平泡
1133 位于圆圈中央。

1134 电子天平投入使用后一般应常处开机状态；如果关机，重启后应先预热
1135 稳定后再使用，预热时间根据天平精度而定或参考制造商建议，一般不少于

136 30分钟；天平预热后，根据实际需要选择外部砝码校正或内部砝码校正，校
137 正完成后即可进行称量操作；称量完毕后应及时将被称物取出，将天平置零，
138 避免称重感应零件疲劳。

139 4. 电子天平的维护

140 电子天平使用过程中，若物品不慎洒落应及时清洁，特别是腐蚀性物质；
141 天平应保持清洁，必要时用软毛刷或绸布抹净或清洗剂擦净；清洗剂可用去
142 离子水、纯化水、70%乙醇或制造商建议使用的清洗剂；清洁前应关闭电源，
143 清洁后必须彻底干燥，以免未干燥的清洁剂滴入传感器影响天平性能；天平
144 防风罩内不应放置与称量无关的物品，也不应放置会引起天平内外空气流动
145 的物品（例如干燥剂等）。

146 称量规范

147 1. 称量容器

148 称量容器或密闭容器需要采用与样品相容的惰性材料制成。称量容器的
149 尺寸不得破坏称重过程的可重复性和准确度。较小的称量容器更易得到最准
150 确的结果。但在实际使用过程中，会使用更大一些的称量容器，例如，样品在
151 称量之后需要稀释的，可使用容量瓶以避免转移误差。

152 如有必要，可在天平性能核查中将称量容器作为皮重，以评估称量容器
153 对称量准确度和重复性的影响。

154 应尽量采用不易带静电或磁性材料的称量容器，以避免容器的静电或磁
155 性引起的称重不稳定甚至干扰电子天平内部部件的情况。

156 常用称量容器包括称量瓶、纸、盘和舟，或可密封容器如西林瓶和容量瓶
157 等。

158 2. 称量操作方法

159 称量应在电子天平的称量范围内进行；称量中动作应轻缓，待测物应放
160 在称量容器内称量；精密称定时通常不使用称量纸；称量容器应戴手套后捏
161 取，并尽可能放在称量盘中间位置；称量过热或过冷的物品，应使待测物温度
162 与天平室的温度达到一致后再进行称量，如无法进行类似处理，则建议定义
163 可接受的误差区间后进行快速称量。

164 应根据称量目的和待测物性质选择合适的称量操作方法。

165 (1) 直接称重法：将待测物直接放在电子天平秤盘上称量物体的质量。
166 适用的样品：非活性不具有粉末状表面的大块固体样品，如恒重试验称
167 取称量瓶或坩埚重量。

168 操作时注意事项：将被称物放在天平上时注意使其位于秤盘的中心。避
169 免徒手操作。

170 (2) 增重法：将称量容器置于天平秤盘中，记录其重量或按去皮键回零，
171 将待测物加入称量容器中，记录重量，扣除称量容器重量即为待测物重量。

172 适用的样品：挥发性不大、不易吸潮、在空气中能稳定存在的固体样品或
173 液体样品。

174 操作时注意事项：需要注意在添加样品时尽量避免对于称量室微环境的
175 影响，如温湿度、静电等，避免样品洒落、污染天平。

176 (3) 减量法：以一个干净适宜的称量容器（例如称量瓶、瓶子、管子、
177 移液管或注射器）装载待称量样品，置于天平秤盘中，待天平显示稳定后记录
178 重量或按去皮键回零；将所需量的待测物转移到另一个合适的容器中（例如
179 容量瓶）；然后将容器放回天平上称重。两次称量的差值等于转移待测物的重
180 量。

181 适用的样品：乳剂或软膏等粘性液体及易挥发、易吸潮、易氧化或易与二
182 氧化碳等反应的样品。

183 操作时注意事项：称量易挥发、易吸潮、易氧化或易与二氧化碳等反应的
184 样品应使用开口较小的密闭容器，操作应迅速。

185 3. 特殊样品的称量

186 (1) 静电样品

187 干燥、细小的粉末状样品可能会带有静电，从而使粉末被称量容器或天
188 平吸引或排斥，导致重量称量不准确和转移过程中的样品损失。使用塑料或
189 硼硅玻璃制称量容器、称量环境湿度过低（相对湿度低于 40%）、操作人员所
190 穿衣服及手套等因素均有产生静电的可能。应在称量过程采取如使用内置除
191 静电装置天平、外置除静电装置、控制环境湿度不小于 40%或使用抗静电称
192 量容器等措施消除静电影响。

193 (2) 引湿样品

194 引湿样品容易从大气中吸收水分，如果暴露在外，重量会逐渐增加。称量
195 时应注意控制环境湿度并选择合适的称量容器，减少其接触空气或外界环境
196 的机会，并在称量过程中对盛有样品的容器进行快速密闭，如选择小口或带
197 有气密性塞子的容器等。

198 (3) 挥发样品

199 称量低沸点液体等易挥发样品时，应选择合适的称量容器，减少其挥发，
200 并在称量过程中对盛有样品的容器进行快速密闭，如增加防蒸发皿、密闭容
201 器、小口容器、带气密性塞子的容器等。

202 (4) 腐蚀性样品

203 称量盐类、酸类等具有腐蚀性样品时，应选用合适的耐腐蚀称量容器，称
204 量过程中小心操作，避免样品洒落腐蚀或影响称量室环境，同时操作人员应
205 采取相应的防护措施，如着防护服、佩戴口罩、防护镜、防护面罩及手套，避
206 免吸入或皮肤接触样品。

207 4. 称量安全性

208 天平室内应不宜放置与称重无关的设备与样品，如具备挥发性或腐蚀性的
209 液体与固体。无菌样品、危险样品或生物危害样品应当于保障样品不易受
210 到外界污染及保护操作人员的环境下进行称量，操作人员应采取相应防护措
211 施，如着防护服、佩戴口罩、防护镜、防护面罩及手套，避免吸入或皮肤接触
212 样品。正确使用天平的防风罩避免同时打开多个防风罩玻璃，减少气流扰动
213 的影响。需要特别注意振动、称量桌面平整度、气流扰动等对称重过程的影
214 响。

起草单位：中国食品药品检定研究院

联系电话：010-53851508

复核单位：深圳市药品检验研究院、广州市药品检验所、北京市药品检验研究院

参与单位：沈阳药科大学等

分析用天平与称量指导原则起草说明

一、制修订的目的意义

称量是药物分析实验中最常规的操作之一，是保证分析结果准确可靠的基础与核心。目前《中国药典》未有对天平性能的相关要求，涉及称量操作的要求也相对简单，与国际主要国家和地区药典的相关技术要求有一定差距。

二、制修订的总体思路

本指导原则主要阐述仪器性能确认，天平安装、使用和维护，称量规范等操作，力求简单明了。指导原则起草过程中对多个国家和地区药典中与称量和天平相关的内容进行了梳理与对比研究，同时参考了电子天平检定规程、电子天平校准规范、药品生产质量管理规范等技术文件，力求做到立足药品检验行业特色、与世界先进技术要求接轨，同时也符合我国现阶段国情，使技术要求便于操作。指导原则中大部分专业术语，均在对国内外法规文件中相同或相似术语对比研究之后确定，以保证术语概念的准确性，同时也考虑国内使用习惯，便于使用人员理解。起草过程中采用问卷方式对各类型代表性企业进行了调研，调研问卷集中反馈的意见和问题，均已在指导原则中阐述。