

中国医药包装协会

药包协字【2022】第027号

关于转发《中国药典》药品包装用玻璃容器 6 个通则 草案及 12 个通用检测方法草案的通知

各有关单位：

国家药典委员会 6 月 28 日发布了《中国药典》药品包装用玻璃容器 6 个通则草案及 12 个通用检测方法草案，分别向社会公开征求意见。

现将上述药品包装用玻璃容器通则草案（见附件 1）和通用检测方法草案（见附件 2）转发各有关单位。请各单位尽快组织学习、认真研核，尤其是药品包装用玻璃容器生产、使用单位，将相关意见和建议反馈表（见附件 3）以 EXCEL 电子版形式，于 7 月 15 日前发送至邮箱（hanxiao@cnppa.org）。

协会秘书处联系人：韩潇 010-62267215-8004

- 附件： 1、药品包装用玻璃容器通则草案
2、药品包装用玻璃容器通用检测方法草案
3、反馈意见表

二〇二二年六月二十九日



5100 药品包装用玻璃容器 则

1 范围

本 则规定了药用玻璃容器的分类、生产要求、使用要求及产品 要求。

本 则 用于直接接触药品的玻璃包装容器（以下简称玻璃容器）。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容 文中的规范性引用而构成本 则必不可少的条款。其最新版本（包括增补本、勘 表等形式） 用于本 则。

则 4003 玻璃容器内应力测定法（已上网征求意见）

则 4017 玻璃容器耐内压力测定法（已上网征求意见）

则 4018 玻璃安瓿折断力测定法（已上网征求意见）

则 4019 玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法（已上网征求意见）

则 4021 玻璃线热膨胀系数测定法（已上网征求意见）

则 4022 玻璃平均线热膨胀系数测定法（已上网征求意见）

则 4023 有色玻璃容器 光性测定法（已上网征求意见）

则 4201 121 °C 玻璃 粒耐水性测定法（已上网征求意见）

则 4202 玻璃容器内表 耐水性测定法（已上网征求意见）

则 4203 玻璃三氧化二硼测定法（已上网征求意见）

则 4214 药包材 属元素、离子测定法（ 期上网征求意见）

则 5101 玻璃 液瓶 则（已上网征求意见）

则 5102 玻璃安瓿 则（已上网征求意见）

则 5103 玻璃注射剂瓶 则（已上网征求意见）

则 5104 笔式注射器用玻璃组件 则（已上网征求意见）

则 5105 玻璃药瓶 则（已上网征求意见）

指导原则 9652 药包材检 规则指导原则（已上网征求意见）

3 术 和定义

下列术 和定义 用于本文件

3.1 药用玻璃容器 Pharmaceutical Glass Container

具有良好化学稳定性和 明性，与药品直接接触且能稳定 存的玻璃容器。

3.2 硼硅玻璃 Borosilicate Glass

30 在玻璃网络结构中 主要成分二氧化硅之外,含有一定 的氧化硼,以及氧化 、碱
31 属与碱土 属等氧化物。

32 3.3 硅玻璃 Soda-lime-silica Glass

33 在玻璃网络结构中 主要成分二氧化硅之外, 含有碱 属氧化物(以氧化 为主)和
34 碱土 属氧化物(以氧化 为主)。简称为 玻璃。

35 3.4 模制容器 Molded Glass Container

36 玻璃原料按一定比例混合经 熔融至符合成型要求的玻璃液后, 成型 备和各种不
37 同形状的模具成型,再 火,直接制成具有一定形状的玻璃容器。模制成型属于一次成
38 型的生产工艺。

39 3.5 管制容器 Tubular Glass Container

40 玻璃原料按一定比例混合经 熔融至符合成型要求的玻璃液后,将其拉制成用于管制瓶
41 生产的玻璃管,再对玻璃管 行二次加工、 火,制成具有一定几何形状的玻璃容器。管制
42 成型属于二次成型的生产工艺。

43 4 分类

44 药用玻璃容器主要按材 、成型工艺 行分类。

45 4.1 按材 分类

46 按照玻璃材 的不同,常见的药用玻璃分硼硅玻璃和 硅玻璃。硼硅玻璃三氧化二硼
47 的含 一般在5%以上。

48 4.2 按成型工艺分类

49 按照成型工艺的不同,药用玻璃容器分模制容器和管制容器。模制容器有 液瓶、模制
50 注射剂瓶等;管制容器有安瓿、管制注射剂瓶等。

51 5 要求

52 5.1 生产要求

53 药用玻璃容器的生产应符合相关的生产 管理规范,确保产品符合药用要求。

54 5.1.1 药用玻璃容器的组成成分应满 产品性能的要求,生产中应严格控制玻璃的 方比
55 例、 合料的混合及熔化 ,保 玻璃成分的均匀和稳定。

56 5.1.2 药用玻璃容器的生产工艺应稳定,确保批内的均一性和批 的一致性。

57 5.1.3 对玻璃容器内表 行处理的产品,在提 产品性能的同时不得影响药品 。

58 5.1.4 药用玻璃管应符合本 则的规定,并满 药用玻璃容器产品 要求和加工要求。

59 5.2 使用要求

60 药品生产企业应 估， 择和使用药用玻璃容器，保 药品的 和安全。

61 5.2.1 药物应 用外观、规格尺寸及偏差符合 协 要求的玻璃容器。有 光要求的药物，

62 可 择有色玻璃容器（如棕色玻璃容器）。

63 5.2.2 在使用 程中，药品应关注玻璃容器的密 性及玻璃容器与密封件之 的 合性。

64 5.2.3 应根据玻璃容器清洗灭菌，药品无菌灌装、冷冻干燥、终端灭菌等工艺要求以及储存

65 条件，有效期等 择 宜的药用玻璃容器。

66 5.2.4 根据 估，确定是否开展相容性研究以及相应的相容性研究内容。

67 5.2.4.1 对 属离子等因素敏感的药物及生物制品应关注玻璃成分和元素杂 的浸出 。

68 5.2.4.2 对于离子强度 /含络合剂、偏 偏碱的药物，应关注玻璃容器内表 化学耐受性

69 和脱片 。

70 5.3 产品 要求

71 药用玻璃容器的生产方和使用方，应以保 药品 可控、满 临床 求和使用安全为

72 目的，根据生产、使用的实 情况， 择 当的 要求 目，包括但不 于本 则及品类

73 则（ 则 5101、5102、5103、5104 和 5105）的规定，制定产品的企业标准或 协 ，

74 并根据生产和使用的 管理要求制定产品检 规则。

75 5.3.1 线热膨胀系数 常用于表征玻璃材 种类和 方稳定性。照玻璃平均线热膨胀系数测

76 定法（ 则 4022）或玻璃线热膨胀系数测定法（ 则 4021）测定，线热膨胀系数及其波动

77 范围应符合企业标准或 协 中的规定。

78 5.3.2 三氧化二硼含 （ 用于硼硅类产品） 常用于表征硼硅玻璃的材 种类和 方稳定

79 性。照玻璃三氧化二硼测定法（ 则 4203）测定，三氧化二硼含 及其波动范围应符合企

80 业标准或 协 中的规定。

81 5.3.3 121℃玻璃 粒耐水性 是 玻璃材料耐水侵蚀的程度，表征玻璃化学稳定性的 要

82 指标，可用于区分硼硅玻璃和 硅玻璃材 ，也可以 具体指标区分同类材 不同水平

83 的玻璃材 。照 121℃玻璃 粒耐水性测定法（ 则 4201）测定，硼硅玻璃应符合 1 级，

84 硅玻璃应符合 2 级。

85 5.3.4 内表 耐水性 是 玻璃容器内表 耐水侵蚀的程度，表征玻璃化学稳定性的 要

86 指标。照玻璃容器内表 耐水性测定法（ 则 4202）测定，不同玻璃类型的内表 耐水性

87 能见表 1。

88 表 1 内表 耐水性能要求

玻璃容器类型	最低耐水级别
--------	--------

硅玻璃容器	HC3级（未经中性化处理）
	HC2级（经中性化处理的）
硼硅玻璃容器	HC1级或 协 约定（如 HCB级或 HC2级）

89 5.3.5 砷、 、 、 浸出 控制玻璃 方的安全性。照药包材 属元素、离子测定法（
90 则 4214）测定，每升浸出液中砷不得 0.1mg、 不得 0.7mg、 不得 1.0mg、 不得
91 0.25mg。

92 5.3.6 光性（用于具有 光性能的有色玻璃）是表征玻璃容器对特定波 光的 挡能
93 力， 免内容药物受光影响。照有色玻璃容器 光性测定法（ 则 4023）测定 290nm-450nm
94 波 范围内的最大 光率（%），安瓿和注射剂瓶应符合表 2 的规定。有 光要求的 注射剂
95 使用的玻璃容器最大 光率不应 10%。

96 表 2 光性要求

规格 (ml)	290nm~450nm 波 范围内的最大 光率 (%)	
	安瓿	注射剂瓶
≤1	≤50	≤25
>1~≤2	≤45	≤20
>2~≤5	≤40	≤15
>5~≤10	≤35	≤13
>10~≤20	≤30	≤12
>20	≤25	≤10

97

5101 玻璃输液瓶通则

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28

1 范围

本通则规定了玻璃输液瓶的分类和要求。

本通则适用于盛装大容量注射液的玻璃输液瓶。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本通则必不可少的条款。其最新版本（包括增补本、勘误表等形式）适用于本通则。

通则 4003 玻璃内应力测定法

通则 4017 玻璃容器耐内压力测定法

通则 4019 玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法

通则 5100 药品包装用玻璃容器通则

指导原则 9652 药包材检验规则指导原则

3 分类

玻璃输液瓶可按玻璃材质不同分为钠钙硅玻璃输液瓶和硼硅玻璃输液瓶两种。

4 要求

玻璃输液瓶的质量应符合药品包装用玻璃容器通则（通则 5100）的规定，并符合下列要求。

4.1 外观 用于控制玻璃输液瓶的外观质量。在自然光线明亮处，正视目测。外观质量应符合企业标准或质量协议的规定。

4.2 耐热冲击 用于考察玻璃输液瓶的热稳定性，防止使用中由于冷热冲击导致产品破碎。照玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法（通则 4019）测定，钠钙硅玻璃输液瓶经受 42℃温差的热震试验后不得破裂；硼硅玻璃输液瓶经受 60℃温差的热震试验后不得破裂。

4.3 耐内压力 用于考察玻璃输液瓶的耐内压力性能，防止输液瓶在生产和使用过程中因内部压力的升高导致破碎。照玻璃容器耐内压力测定法（通则 4017）测定，经受 0.6MPa 的内压力试验后不得破裂。

4.4 内应力 用于控制玻璃输液瓶退火后残余的内应力，减少内应力对产品机械强度的影响。照玻璃内应力测定法（通则 4003）测定，退火后的最大永久应力造成的光程差不得过 40nm/mm。

5102 玻璃安瓿通则

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27

1 适用范围

本通则规定了玻璃安瓿的分类和要求。

本通则适用于盛装注射液的玻璃安瓿。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本通则必不可少的条款。其最新版本（包括增补本、勘误表等形式）适用于本通则。

通则 4003 玻璃容器内应力测定法

通则 4018 玻璃安瓿折断力测定法

通则 5100 药品包装用玻璃容器通则

指导原则 9652 药包材检验规则指导原则

3 分类

主要按玻璃的颜色、易折方式进行分类。

——按玻璃颜色分类 可分为无色玻璃安瓿和棕色玻璃安瓿。

——按易折方式分类 可分为点刻痕易折玻璃安瓿和色环易折玻璃安瓿。

4 要求

玻璃安瓿的材质为硼硅玻璃，玻璃安瓿的质量应符合药品包装用玻璃容器通则（通则 5100）的规定，并符合下列要求。

4.1 外观 用于控制玻璃安瓿的外观质量。在自然光线明亮处，正视目测。外观质量应符合企业标准或质量协议的规定。

4.2 内应力 用于控制玻璃安瓿退火后残余的内应力，减少内应力对产品机械强度的影响。照玻璃容器内应力测定法（通则 4003）测定，退火后的最大永久应力造成的光程差不得超过 40nm/mm。

4.3 折断力 用于控制玻璃安瓿的易折性能。照玻璃安瓿折断力测定法（通则 4018）测定，安瓿折断力的范围应符合表 1 规定的值。

表 1 安瓿折断力

规格 (ml)	折断力 (N)	
	最小值	最大值
1	25	80
2		

3		
5		
10		90
20		100
25		
30		

28

征求意见稿

5103 玻璃注射剂瓶通则

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30

1 适用范围

本通则规定了玻璃注射剂瓶的分类和要求。

本通则适用于盛装直接分装的小容量注射液、注射用无菌粉末（含冻干）与注射用浓溶液的注射剂瓶（俗称西林瓶）。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本通则必不可少的条款。其最新版本（包括增补本、勘误表等形式）适用于本通则。

通则 4003 玻璃容器内应力测定法

通则 4017 玻璃容器耐内压力测定法

通则 4019 玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法

通则 5100 药品包装用玻璃容器通则

指导原则 9652 药包材检验规则指导原则

3 分类

玻璃注射剂瓶可按玻璃材质、玻璃颜色、成型工艺进行分类。

——按玻璃材质分类 可分为钠钙硅玻璃注射剂瓶和硼硅玻璃注射剂瓶。

——按玻璃颜色分类 可分为无色玻璃注射剂瓶和棕色玻璃注射剂瓶。

——按成型工艺 可分为管制玻璃注射剂瓶和模制玻璃注射剂瓶。

4 要求

玻璃注射剂瓶的质量应符合药品包装用玻璃容器通则（通则 5100）的规定，并符合下列要求。

4.1 外观 用于控制玻璃注射剂瓶的外观质量。在自然光线明亮处，正视目测。外观质量应符合企业标准或质量协议的规定。

4.2 耐热冲击（适用于模制注射剂瓶） 用于控制模制注射剂瓶的热稳定性，防止使用中由于冷热冲击导致产品破碎。照玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法（通则 4019）测定，钠钙硅玻璃经受 42℃温差的热震试验后不得破裂；硼硅玻璃经受 60℃温差的热震试验后不得破裂。

4.3 耐内压力（适用于模制注射剂瓶） 用于控制玻璃注射剂瓶的耐内压力性能，防止容器在生产和使用过程中因内部压力的升高导致破碎。照玻璃容器耐内压力测定法（通则 4017）测定，经受 0.6MPa 的内压力试验后不得破裂。

- 31 **4.4 内应力** 用于控制玻璃注射剂瓶退火后残余的内应力，减少内应力对产品机械强度的影响。
- 32 照玻璃容器内应力测定法（通则 4003 测定），退火后的最大永久应力造成的光程差不得过
- 33 40nm/mm。

征求意见稿

5104 笔式注射器用玻璃组件通则

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21

1 适用范围

本通则规定了笔式注射器用玻璃组件的分类和要求。

本通则适用于盛装注射液的笔式注射器用玻璃组件。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本通则必不可少的条款。其最新版本（包括增补本、勘误表等形式）适用于本通则。

通则 4003 玻璃容器内应力测定法

通则 5100 药品包装用玻璃容器通则

指导原则 9652 药包材检验规则指导原则

3 分类

按组件的不同，可分为玻璃套筒和玻璃珠两个组件。

4 要求

笔式注射器用玻璃组件的质量应符合药用玻璃材料和容器（通则 5100）的规定，并应符合以下规定。

4.1 外观 用于控制笔式注射器用玻璃组件的外观质量。取玻璃套筒或玻璃珠适量，在自然光线明亮处，正视目测。外观质量应符合企业标准或质量协议的规定。

4.2 内应力（适用于玻璃套筒） 用于控制玻璃套筒退火后残余的内应力，减少内应力对产品机械强度的影响。照玻璃容器内应力测定法（通则 4003）测定，退火后的最大永久应力造成的光程差不得过 40nm/mm。

5105 玻璃药瓶通则

1 范围

本通则规定了玻璃药瓶的分类和要求。

本通则适用于盛装口服或外用药物的玻璃药瓶。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本通则必不可少的条款。其最新版本（包括增补本、勘误表等形式）适用于本通则。

通则 4003 玻璃容器内应力测定法

通则 4019 玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法

通则 5100 药品包装用玻璃容器通则

指导原则 9652 药包材检验规则指导原则

3 分类

玻璃药瓶主要按玻璃材质、成型工艺、玻璃颜色进行分类。

——按玻璃材质分类 可分为钠钙硅玻璃药瓶和硼硅玻璃药瓶。

——按成型工艺分类 可分为管制药瓶和模制药瓶两种。

——按玻璃颜色分类 可分为无色玻璃药瓶和有色药瓶。

4 要求

玻璃药瓶的质量应符合药品包装用玻璃容器通则（通则 5100）的规定，并符合下列要求。

4.1 外观 用于控制玻璃药瓶的外观质量。在自然光线明亮处，正视目测。外观质量应符合企业标准或质量协议的规定。

4.2 耐热冲击（适用于模制药瓶） 用于控制模制药瓶的热稳定性，防止使用中由于冷热冲击导致产品破碎。照玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法（通则 4019）测定，钠钙硅玻璃经受 42℃温差的热震试验后不得破裂；硼硅玻璃经受 60℃温差的热震试验后不得破裂。

4.3 内应力 用于控制玻璃退火后残余的内应力，防止药瓶在生产和使用过程中因内应力存在导致机械强度的降低。照玻璃容器内应力测定法（通则 4003）测定，退火后的最大永久应力造成的光程差不得过 40nm/mm。

药品包装用玻璃容器 6 个通则起草说明

一、目的和意义

1. **完善药典药包材标准体系** 建立以玻璃、橡胶、塑料、金属等材料分类为中通则，以每种材料中不同品种类别（产品）为小通则的标准构架。

2. **适应监管制度改革** 药包材与药品实施关联审评制度以来，药典标准的法律地位凸显，尤其是药用玻璃容器，主要应用于高风险的注射剂类药品的包装，更需要建立与之相适应的标准体系。

3. **适应医药行业发展需要** 2015 版颁布《国家药包材标准》（YBB）中收载的药用玻璃容器标准主要内容源于 30 年前，不能完全适用于制药行业的需求和药用玻璃行业的发展，特别是不能满足药品生产的个性化需求，与国际先进标准不协调，行业亟需药包材标准与时俱进，既关注生产、使用安全，也能助力行业发展和产品技术的创新。

二、总体思路

与中国药典保持同步，尽可能与美国药典、欧洲药典、ICH 等相关标准相协调；引入全生命周期管理和风险管理的理念，建立兼具刚性和延展性的标准体系；对安全性等通用要求严格且明确，对个性化产品要求灵活有空间，便于企业执行和政府部门监管。

中通则规定玻璃材质性能和安全性要求，产品的使用性能要求由小通则规定，检测方法、检验规则另行建立标准（已上网征求意见）。具体产品使用性能评价药典不统一规定，由供需双方的质量协议或企业标准规定。

行业协会制定具有前瞻性和行业共性的团体标准，推动先进理念和技术的应用，促进行业自律和行业进步。

起草工作向行业开放，充分发挥各方的优势和积极性，探索并践行“政府主导、企业主体、社会参与”的标准制定工作模式。

三、起草过程

1. **调研搜集资料** 2020 年底开始收集研究国内外相关标准，并调研企业意见。2021 年 3 月 17 日首次召开药典药用玻璃标准讨论会，相关专家和企业代表参加会议，讨论确定初步框架。2021 年 5 月 13 日中国医药包装协会召开座谈会，70

家企业 120 人参会，收集反馈意见 44 条。

2. 明确任务分工 国家药典委发出《关于委托牵头起草中国药典玻璃通则及配套检测方法的函》（药典综函〔2021〕211 号），请中国医药包装协会主要牵头负责《中国药典》玻璃通则（包括品种类通则）的草拟，请中国食品药品检定研究院主要牵头负责玻璃通则涉及的配套通用检测方法的草拟和玻璃命名原则的修订。

3. 提出征求意见稿 2021 年 6 月 1 日，工作组正式成立；2021 年 09 月 22 日，药典委组织召开玻璃类药包材标准体系讨论会；2021 年 11 月 29 日，协会组织生产企业代表对 9 月份会后征集意见的回复及修改结果进行讨论；2022 年 4 月 29 日，药典委组织召开玻璃类标准讨论会；2022 年 6 月 18 日，药典委组织召开玻璃类药包材通则审稿会，会后完成本征求意见稿。

四、主要内容

1. 概况 通则由范围、规范性引用文件、术语和定义、分类和要求五部分构成。主要适用于国内市场已经有应用的玻璃容器，暂不包括铝硅玻璃和石英玻璃。通则 5100（简称中通则）加上品类通则 5101-5105（简称小通则）是对各类产品的基本要求，企业需根据中通则和小通则的要求以及相关标准规定，制定具体品种的企业标准和质量协议。中通则规定玻璃材质性能和安全性要求，产品的使用性能要求由小通则规定。

2. 5100 通则内容介绍

范围—明确本通则规定的内容及适用的产品。

规范性引用文件—为便于通则中质量控制项目的方法确认及使用，列出相关方法标准及编号。

术语和定义—对本通则的专业术语及特定概念进行描述。包括药用玻璃容器、硼硅玻璃、钠钙硅玻璃、模制容器、管制容器。

分类—按材质分为硼硅玻璃和钠钙硅玻璃，按成型工艺分为模制容器和管制容器。

要求—包括生产要求、使用要求和产品质量要求三部分内容。生产要求是对药用玻璃生产的基本要求，重点关注产品的均匀性和稳定性。使用要求是指导药品生产企业从功能性、保护性、安全性、相容性方面选择药用玻璃容器。产品质量要求是对主要产品性能的规定。产品性能包括线热膨胀系数，三氧化二硼含量，

121℃颗粒耐水性，内表面耐水性，砷、锑、铅、镉浸出量，遮光性。

3. 5101-5105 通则内容介绍

包括范围、规范性引用文件、术语和定义、分类、要求等内容。各品类通则没有具体规定外观和规格尺寸，以及抽样和检验规则，上述内容通过相关指导原则、团体标准、质量协议或企业标准进行规范，满足药品生产的需求。

玻璃安瓿的质量要求包括外观、内应力、折断力。

玻璃输液瓶的质量要求包括外观、耐热冲击、耐内压力、内应力。

玻璃注射剂瓶的质量要求包括耐热冲击（适用于模制注射剂瓶）、耐内压力（适用于模制注射剂瓶）、内应力。

笔式注射器用玻璃组件的质量要求包括外观、内应力（适用于玻璃套筒）。

玻璃药瓶的质量要求包括外观、耐热冲击（适用于模制药瓶）、内应力。

五、需要重点说明的内容

1. 玻璃分类

本通则主要按材质和工艺分类，药用玻璃按材质分为硼硅玻璃和钠钙硅玻璃两类。未采用《中国药典》2020年版中“药用玻璃材料和容器指导原则”，将药用玻璃材质按三氧化二硼含量/线热膨胀系数分为高硼硅、中硼硅、低硼硅和钠钙的分类方法。理由：（1）与国际标准接轨。欧、美药典，ISO标准都将玻璃材质分为硼硅玻璃和钠钙硅玻璃、中性化处理的钠钙硅玻璃，且允许硼硅玻璃配方不同，线热膨胀系数不同。（2）合理且有前瞻性。按三氧化二硼含量/线热膨胀系数/耐水性等多个指标划分高、中、低硼硅玻璃，导致有的产品无法归类，比如三氧化二硼含量为中硼硅，但线热膨胀系数、耐水性为低硼硅，或者三氧化二硼含量为低硼硅，但耐水性为中硼硅。按本通则的分类原则，未来新型的玻璃材料（如铝硅玻璃、石英玻璃），可单独分为第三类、第四类玻璃。（3）鼓励我国的药用玻璃材料水平逐步提高。我国的中硼硅玻璃产品已具有一定的规模化生产能力，低硼硅玻璃产品的质量逐步提升，不再细分硼硅玻璃，可避免产品一味地追求鉴别指标，更加关注材料性能和产品质量的提高。（4）虽然不再将线热膨胀系数、三氧化二硼含量作为鉴别指标，但将其作为表征配方和控制稳定性的重要指标收载于中通则，强化企业对其重视程度。

2. 删减的项目

（1）98℃颗粒法耐水性 98℃颗粒法耐水性可表征玻璃材质耐水侵蚀的能

力，与 121℃ 颗粒法耐水性相比，后者的试验条件更为严苛，与药品生产工艺的控制更为适宜，国内外应用更为普遍，为减少质量标准中性能检测的重复，本通则中不再设置。

(2) 耐酸性和耐碱性 耐酸性和耐碱性是玻璃化学稳定性的指标。目前的相容性研究更有针对性，故本通则中暂不设置。

(3) 垂直轴偏差/圆跳动、容量 这几个项目与产品规格形状密切相关，可列入产品规格尺寸、外观的相关规定中，生产和使用单位可根据需要在企业标准或质量协议中规定。

(4) 耐热性、耐冷冻性、热稳定性 注射剂产品标准中耐热性和耐冷冻性及输液瓶的热稳定性是模拟生产工艺设立的项目，但实际生产中各企业、各品种的工艺条件都有所不同，无法通过统一的试验条件控制产品的质量，满足不同药企和品种的要求，应由生产和使用单位根据工艺条件在企业标准或质量协议中规定。

(5) 管制药瓶的耐热冲击性 此项目对管制瓶不适用，参考 ISO 标准，不列入通则。

3. 增加遮光性要求

遮光性是表征有色玻璃容器对特定波长光的阻挡能力，避免内容药物受光影响，该性能除与玻璃着色剂的种类、用量等有关外，还与产品的厚度密切相关。本通则参考了美国药典现行规定。

4. 玻璃管的质量控制

药用玻璃管是管制类容器的重要原材料（半成品），因为不是直接用于药品包装的容器，所以没有制定单独的品类通则。中通则中规定药用玻璃管应满足药用玻璃容器产品质量要求和加工要求。

5. 安瓿断面平整度

断面的平整度与材质、加工工艺、使用方对折断力力值的要求等多种因素有关，目前的检测仪器未能准确表现临床使用时的真实状态，故通则规定了折断力取值范围，建议生产、使用双方协商约定折断力的偏差和关于断面的要求。

6. 检验规则

本通则未对检验规则统一规定，供需双方应根据生产和使用的风险管理要求制定产品检验规则，以保证药品质量可控、临床使用安全。

附：标准体系对照表

新拟定标准	原有标准
5100 药用玻璃包装容器通则	9622 药用玻璃材料和容器指导原则
5101 玻璃输液瓶	YBB00032005-2015 钠钙玻璃输液瓶 YBB00012004-2015 低硼硅玻璃输液瓶 YBB00022005-2-2015 中硼硅玻璃输液瓶
5102 玻璃安瓿	YBB00332002-2015 低硼硅玻璃安瓿 YBB00322005-2-2015 中硼硅玻璃安瓿
5103 玻璃注射剂瓶 (基于用途相近将管制、模制合并)	YBB00332003-2015 钠钙玻璃管制注射剂瓶 YBB00302002-2015 低硼硅玻璃管制注射剂瓶 YBB00292005-2-2015 中硼硅玻璃管制注射剂瓶 YBB00292005-1-2015 高硼硅玻璃管制注射剂瓶 YBB00312002-2015 钠钙玻璃模制注射剂瓶 YBB00322003-2015 低硼硅玻璃模制注射剂瓶 YBB00062005-2-2015 中硼硅玻璃模制注射剂瓶
5104 笔式注射器用玻璃组件	YBB00132004-2015 笔式注射器用硼硅玻璃套筒 YBB00122004-2015 笔式注射器用硼硅玻璃珠
5105 玻璃药瓶 (基于用途相近将管制、模制合并)	YBB00032004-2015 钠钙玻璃管制口服液体瓶 YBB00282002-2015 低硼硅玻璃管制口服液体瓶 YBB00022004-2015 硼硅玻璃管制口服液体瓶 YBB00272002-2015 钠钙玻璃模制药瓶 YBB00302003-2015 低硼硅玻璃模制药瓶 YBB00052004-2015 硼硅玻璃模制药瓶 YBB00362003-2015 钠钙玻璃管制药瓶 YBB00352003-2015 低硼硅玻璃管制药瓶 YBB00042004-2015 硼硅玻璃管制药瓶
**** 预灌封注射用玻璃套筒(待定)	YBB00062004-2015 预灌封注射器用硼硅玻璃针管

注：6 个通则涵盖原 YBB 标准中的所有玻璃产品（除四个玻璃管产品外），同时还扩大了产品的适用范围，如棕色玻璃等。

附件 2-1 玻璃容器内应力测定法征求意见稿

4003 玻璃容器内应力测定法

内应力系指物件由于外因（受力或湿度、温度变化等）而变形时，在物件内各部分之间会产生相互作用的内力，以抵抗这种外因的作用，当外部载荷消除后，仍残存在物体内部的应力，它是由于材料内部宏观或微观的组织发生了不均匀的体积变化而产生的。如果玻璃容器中残存不均匀的内应力，将会降低玻璃的机械强度，在药品包装的生产、使用及储存中易出现破裂等问题。

通常玻璃为各向同性的均质体材料，当有内应力存在时，它会表现各向异性，产生光的双折射现象。本法使用偏光应力仪测量双折射光程差，并以单位厚度光程差数值 δ 来表示产品内应力大小。双折射光程差的测量原理，是由光源发出的白光通过起偏镜后成为直线偏振光，直线偏振光通过有双折射光程差的被测试样和四分之一波片后，其振动方向将旋转一个角度 θ ，角度 θ 的数值（单位为度）与被测试样的双折射光程差 T 成正比，其关系式 $T=5650/180=3.14\theta$ ，因此当被测玻璃样品存在内应力时，通过旋转检偏镜可以测得这个角度，即可测得被测试样的双折射光程差 T 。内应力的测定主要用于药用玻璃容器退火质量的控制。

仪器装置 偏光应力仪应符合的技术要求：在使用偏振光元件和保护件进行观察时，光场边沿的亮度不小于 $120\text{cd}/\text{m}^2$ ，所采用的偏振光元件应保证亮场时任何一点偏振度都不小于99%；偏振场不小于85mm；在起偏镜和检偏镜之间能分别置入565nm的全波片(灵敏色片)及四分之一波片，波片的慢轴与起偏镜的偏振平面成 90° ；检偏镜应安装成能相对于起偏镜和全波片或四分之一波片旋转，并且有旋转角度的测量装置。

测定法 供试品应为退火后未经其他试验的产品，须预先在实验室内温度条件下放置30分钟以上，测定时应戴手套，避免用手直接接触供试品。

1.无色供试品的测定

27 无色供试品底部的检验：将四分之一波片置入视场，调整偏光应力仪零
28 点，使之呈暗视场。把供试品放入视场，从口部观察底部，这时视场中会出
29 现暗十字，如果供试品应力小，则这个暗十字便会模糊不清。旋转检偏镜，
30 使暗十字分离成两个沿相反方向移动的圆弧，随着暗区的外移，在圆弧的凹
31 侧便出现蓝灰色，凸侧便出现褐色。如测定某选定点的应力值，则旋转检偏
32 镜直至该点蓝灰色刚好被褐色取代为止。绕轴线旋转供试品，找出最大应力
33 点，旋转检偏镜，直至蓝灰色被褐色取代，记录此时的检偏镜旋转角度或应
34 力数值，并测量该点的厚度。

35 无色供试品侧壁的检验：将四分之一波片置入视场，调整偏光应力仪零
36 点，使之呈暗视场。把供试品放入视场中，使供试品的轴线与偏振平面成45°
37 ，这时侧壁上出现亮暗不同的区域。旋转检偏镜直至侧壁上暗区聚汇，刚好
38 完全取代亮区为止。绕轴线旋转供试品，借以确定最大应力区。记录测得最
39 大应力区的检偏镜放置角度，并分别测量两侧壁的厚度（记录两侧壁壁厚之
40 和）。

41 2.有色供试品的测定

42 检验步骤与无色供试品测定相同。当没有明显的蓝色和褐色以及玻璃透
43 过率较低时，较难确定检偏镜的旋转终点，这时可以采用平均的方法来确定
44 准确的终点。即以暗区取代亮区的旋转角度与再使亮区刚好重新出现的总旋
45 转角度之和的平均值表示。

46 结果计算

$$47 \quad \delta = T/t = 3.14\theta/t$$

48 式中 δ 为供试品的内应力，nm/mm;

49 T 为供试品被测部位的光程差，nm;

50 t 为供试品被测部位通光处的总厚度，mm;

51 θ 为检偏镜旋转角度（在测得最大应力时）;

52 3.14为采用白光光源（有效波长约为565nm）时的常数，检偏镜每旋转
53 1°约相当于光程差3.14nm。

玻璃容器内应力测定法修订说明

根据《中国药典》药包材标准命名原则，将标准名称修改为“玻璃容器内应力测定法”。

基于目前有些应力仪能直接读出应力数值，无需先记录角度再换算，因此在无色供试品的测定中将“记录此时的检偏镜旋转角度”修改为“记录此时的检偏镜旋转角度或应力数值”。

征求意见稿

附件 2-2 玻璃容器耐内压力测定法征求意见稿

4017 玻璃容器耐内压力测定法

耐内压力是衡量玻璃容器内所承受液压承压的能力，以压力值表示，玻璃内部结构、壁厚的不均匀及表面外观缺陷均会影响玻璃的耐内压力值。

本法用于玻璃容器耐内压力的测定。测定方法分为恒压法和恒速法两种。

第一法 恒压法

仪器装置 耐压机应符合的技术要求，能保证供试品在悬挂条件下进行试验，且瓶口很容易夹在试验仪器上；试验时为保证加压介质无泄漏，压头和瓶口封合面之间必须有弹性物质密封，接触面应有足够的压力以防止在加压过程中介质的泄漏；试验设备应具有 $0.4\text{MPa/s} \pm 0.1\text{MPa/s}$ 的速率使液体压力达到预定值，能在试验时维持压力的恒定并能保持预定加压时间的装置；仪器应能显示试验在任何情况下终止时的压力值。

测定法 供试品应为未经受其它性能（如机械、热性能等）测试的制品，在室温条件下静置 30 分钟，除另有规定外，使用与室温相差不超过 5°C 的水作为试验介质，以避免在试验前引入额外的压力。

通过性试验：使供试品内压力按照规定要求达到预定值后，并维持恒压 $60\text{s} \pm 2\text{s}$ 的时间，观察供试品是否破裂；或保持不同的持续时间，但设备应可以校正压力值并获得相当于 60s 恒压的试验结果。

递增性试验：继通过性试验后，以递增量为 0.1MPa 或 0.2MPa 的压力值增压，直至供试品破损率达 50% 或 100%。

第二法 恒速法

仪器装置 耐压机应符合的技术要求，能保证供试品应在悬挂条件下进行试验，且瓶口应很容易夹在试验仪器上；试验时为保证加压介质无泄漏，压头和瓶口封合面之间必须有弹性物质密封，接触面应有足够的压力以防止在加压过程中介质的泄漏；试验设备应具有能按 $0.58\text{MPa/s} \pm 0.1\text{MPa/s}$ 的速率增加液压的装置，直至达到预定值或容器破裂，增压速率的重复性应为 $\pm 2\%$ ；能显示试验在任何情况下终止时的压力值和试验达到要求规定值的装置；仪器应具有一个显示恒速加压和固定时限持压之间关系的装置。

28 注：恒速增压与固定时限（保持 60s）压力之间关系如下：

29
$$P_R = 1.38P_{60} + K$$

30 式中 P_R 为实际压力值，MPa；

31 P_{60} 为恒压保持 60s 压力值，MPa。

32 $K=0.1783$ （注：当所测压力的单位 bar 与 psi 时，则 K 值对应为 1.783

33 与 25.9）

34 **测定法** 与第一法的要求相同。根据试验的类型选择下列任一种试验步
35 骤：

36 通过性试验：按 0.58 MPa/s ± 0.1 MPa/s 的速率增加试验压力，直至达到
37 预定的压力值后，保持 60s，观察供试品是否破裂。

38 破坏性试验：按 0.58 MPa/s ± 0.1 MPa/s 的速率增加试验压力，直至容器
39 破裂为止。

40 结果表示

41 通过性试验：试验中使用的压力和容器破裂的数量。

42 递增性试验：首次破裂时的压力以及在此压力下破裂的样品数量；达到
43 预定百分数所需的压力，以最接近于 0.01 MPa 表示；平均破裂压力和标准偏
44 差。

45 结果判定

46 按规定的相应压力值进行耐内压力试验后，破裂的供试品数量低于规定
47 数，则判定为合格。

起草单位：中国食品药品检定研究院 联系电话：010-67095110

参与单位：中国医药包装协会、国家食品药品监督管理局药品包装材料
科研检验中心、北京市药品包装材料检验所、山东省医疗器械和药品包装检
验研究院、山西省药品检验所、江西省药品检验检测研究院、四川省药品检
验研究院、深圳市药品检验研究院、山东省药用玻璃股份有限公司、成都平
原尼普洛药业包装有限公司、双峰格雷斯海姆医药玻璃（丹阳）有限公司、
重庆正川医药包装材料股份有限公司、沧州四星玻璃股份有限公司、山东力
诺特种玻璃股份有限公司、宁波正力药品包装有限公司、肖特玻管（浙江）
有限公司

玻璃容器耐内压力测定法起草说明

一、制修订的目的意义

1. 玻璃容器耐内压力的测定，是衡量玻璃容器承压能力的重要指标，因此考察玻璃容器耐内压力是非常有必要的。

2. 形成“玻璃容器耐内压力测定法”方法标准，科学有效指导玻璃容器耐内压力测定。

二、起草过程

1. 查阅国内外相关标准并进行了标准比对。

2. 根据与参与单位沟通交流，初步设计标准制定的方案，编写草案。

3. 形成“玻璃容器耐内压力测定法”征求意见稿。

三、制修订的总体思路

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路，参考《国家药包材标准》耐内压力测定法（YBB00172003-2015）、国家 GB 标准《玻璃容器 耐内压力试验方法》（GB/T4546-2008）与 ISO 标准《玻璃容器.耐内部压力性.试验方法》（ISO 7458-2004）的标准比对，结合在日常试验时存在的问题，增加该检测方法的可操作性，完善本测定法。

四、需重点说明的问题

本标准是新增方法标准，确定的主要内容是：

1. 名称：参照《中国药典》2020年版及命名原则，删除拼音及英文名称，修改为“玻璃容器耐内压力测定法”。

2. 正文：

2.1 第一段：参照《石英玻璃管耐内压力检验方法》JCT230-2012增加了耐内压力的定义，修订为“耐内压力是衡量玻璃容器内所承受液压承压的能力。”

2.2 第二段：测定法分类参照《中国药典》2020年版进行文字修改。“测定方法分为恒压法和恒速法两种。”

2.3 第三段：参照《中国药典》2020年版进行文字修改，将第一法名称修订为“恒压法”。

2.4 第五段：参照《玻璃容器 耐内压力试验方法》（GB/T4546-2008），增加了“以避免在试验前引入额外的压力。”

2.5 第六段：参照《玻璃容器 耐内压力试验方法》（GB/T4546-2008），将“如果该设备装有将压力值修正到 60 秒试验期内应得值的装置，则保压的时间可以有所不同。”修订为“或保持不同的持续时间，但设备应可以校正压力值并获得相当于 60s 恒压的试验结果。”

2.6 第八段：参照《中国药典》2020 年版进行文字修改，将第二法名称修订为“恒速法”。

2.7 第九段：参照《玻璃容器 耐内压力试验方法》（GB/T4546-2008），将“试验设备应具有按 $0.4\text{MPa/s} \pm 0.1\text{MPa/s}$ 的速率增加液压的装置”修订为“试验设备应具有 $0.58\text{MPa/s} \pm 0.1\text{MPa/s}$ 的速率使液体压力达到预定值”；将“增压速率的重复性为 2%”修订为“增压速率的重复性应为 $\pm 2\%$ ”。

2.8 第十段：参照《玻璃容器 耐内压力试验方法》（GB/T4546-2008），将公式进行了修订。

2.9 结果表示：合并两方法的结果表示，参照《玻璃容器 耐内压力试验方法》（GB/T4546-2008），将结果表示“通过性试验：试验中使用的压力和容器破裂的数量以及破裂时的相应压力值。破坏性试验：首次破裂时的压力以及在此压力下破裂的瓶子数；达到预定百分数所需的压力，以最接近于 0.01MPa 表示；平均破裂压力和标准偏差。”修订为“通过性试验：试验中 60s 压力和玻璃容器破裂的数量以及破裂时的相应压力值。破坏性试验：首次破裂时的 60s 压力和在此压力下玻璃容器破裂的数量；达到预定百分数所需的 60s 压力，以最接近于 0.01MPa 表示；平均破裂压力和标准偏差。”

2.10 增加结果判定“按规定的相应压力值进行耐内压力试验后，破裂的供试品数量低于规定数，则判定为合格。”

附件 2-3 玻璃安瓿折断力测定法征求意见稿

4018 玻璃安瓿折断力测定法

折断力是将安瓿瓶颈与瓶身分开所要施加的力值。

仪器装置 安瓿折断力仪，可使用材料试验机，或功能满足本试验要求的其他装置。仪器的示值误差应在实际值的 $\pm 1\%$ 以内。

试验装置如图所示。

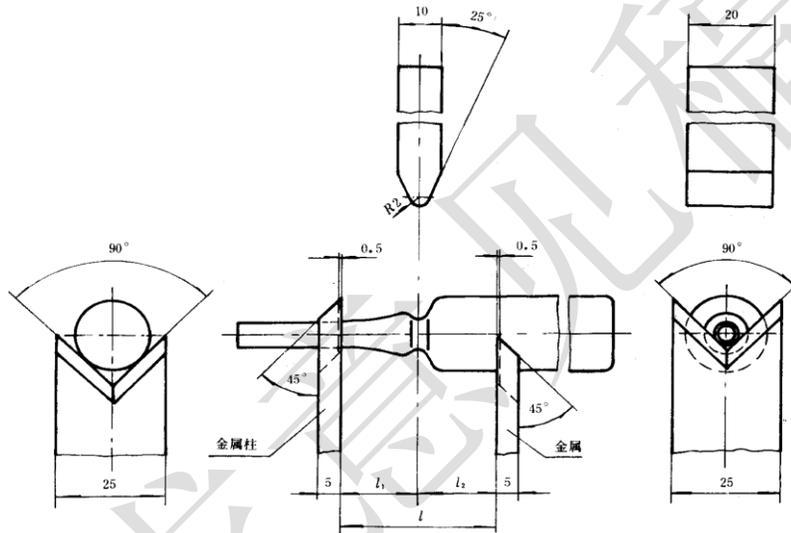


图 安瓿折断力试验装置

测定法 试验速度(空载): 10mm/min; 测量范围: 0~200N, 精度为 0.1 N。

金属支架距离见下表所示。

表 安瓿规格与金属支架距离

规格 (ml)	金属支架距离 $l=(l_1 + l_2)$ (mm)
1	36 = (18+18)
2	
3	
5	
10	60 = (22+38)
20	
25	
30	

取供试品, 在两个金属支架之间设定一段距离(如图所示, 并按表规定)。

用安瓿折断力仪加力, 直至安瓿断裂, 记录折断力值。

- 14 注：在试验点刻痕易折安瓿折断力时，应将装置中的加力部件定位在刻痕中间（刻
15 痕向下），否则折断力会增大。

起草单位：中国食品药品检定研究院 联系电话：010-67095110

参与单位：中国食品药品检定研究院、中国医药包装协会、国家食品药品监督管理局药品包装材料科研检验中心、北京市药品包装材料检验所、山西省药品检验所、江西省药品检验检测研究院、深圳市药品检验研究院、山东省药用玻璃股份有限公司、成都平原尼普洛药业包装有限公司

玻璃安瓿折断力测定法起草说明

一、制定的目的意义

玻璃安瓿折断力，是判定玻璃安瓿安全性的重要指标，测定使玻璃安瓿瓶颈与瓶身分开所要施加的力值。制定“玻璃安瓿折断力测定法”标准，科学有效指导玻璃安瓿折断力的性能测定。

二、起草过程

1. 查阅国内外相关标准，进行标准比对。
2. 收集安瓿历年抽验的折断力数据，统计归纳，制定方案。
3. 形成“玻璃安瓿折断力测定法”征求意见稿。

三、制修订的总体思路

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路，参考《国家药包材标准》低硼硅玻璃安瓿(YBB00332002-2015)和中硼硅玻璃安瓿(YBB00322005-2-2015)、ISO 9187-1:2010 医用注射器具 第1部分：注射剂用安瓿、ISO 9187-2:2010 医用注射器具 第2部分：色点刻痕(OPC)安瓿、GB/T 2637-2016 安瓿中收录的产品标准，结合在日常试验时存在的问题，制定检测方法。

四、需重点说明的问题

1. 按《中国药典》2020年版格式编制本方法。
2. 按《中国药典》2020年版及药包材标准命名原则，拟定标准名称为：玻璃安瓿折断力测定法。

3. 现行的产品标准 YBB00332002-2015 和 YBB00322005-2-2015、ISO 9187-1:2010 和 ISO 9187-2:201、GB/T 2637-2016 规定的仪器和试验装置、测定方法均一致，起草玻璃安瓿折断力测定法仍采用原测试法，规定使用仪器和试验装置、试验速度保持不变；修订标准中的支架，均为金属支架。

4. 该方法的结果判定详见《中国药典》药品包装用玻璃容器通则征求意见稿。

征求意见稿

附件 2-4 玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法征求意见稿

4019 玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法

热冲击（也称热震性）系指从供试品加热的温度（上限温度 t_1 ）到供试品所放入的冷水浴的温度（下限温度 t_2 ）之间的差。

热冲击强度系指玻璃容器在热冲击试验中，有 50% 的供试品出现破裂时的温差。

本法适用于测定药用玻璃容器的热冲击及热冲击强度。

根据试验温差的_{不同}，测定方法分为冷热水槽法和烘箱法两种。

第一法 冷热水槽法

本法适用于试验温差低于 100℃ 的各类药用玻璃容器。

仪器装置 热水槽：容量至少是一次试验的供试品总体积的两倍，且不得少于 5 升。水槽应包含水循环器、温度控制组件、温度调节控制加热器，以保持水温稳定在上限温度 $t_1 \pm 1^\circ\text{C}$ 以内。

冷水槽：容量至少是一次试验的供试品总体积的五倍，水槽应包含水循环器、温度控制组件、恒温控制器，以确保水温稳定在下限温度 $t_2 \pm 1^\circ\text{C}$ 以内。

网篮：网篮的材料（必要时涂层）要求在试验中不得划伤或擦伤供试品，网篮应能保持玻璃供试品直立且分开，并配有固定供试品的装置以防止受试样品浸入时上浮。

测定法

（1）供试品应为未经受其它性能（如机械、热性能等）测试的制品（供试品应无任何玻璃缺陷），试验前应先置于试验环境至少 30 分钟，以保证供试品与环境温度一致。

（2）将两个水槽（冷、热水槽）充水，使其有足够的深度浸没容器顶部至少 50mm，然后分别将水温调节到 t_1 和 t_2 ，一般 t_2 的水温为 0~27℃，所选定的 t_1 应能得出所需要的热冲击温差 $t_1 - t_2$ （℃）。在把已置于网篮中的供试品从热水槽转送到冷水槽的时间内， t_1 和 t_2 的温差值不得超过规定值的 $\pm 1^\circ\text{C}$

（3）先将供试品置于网篮中，使他们直立且分离，后浸入温度为 t_1 的热水槽中，使供试品充满水并使其瓶口顶部低于水面至少 50mm，让其至少浸

28 泡5分钟，以确保供试品和水之间达到温度平衡。

29 注：经验证明，达到温度平衡所需的时间取决于供试品的最大厚度，如果
30 要确保供试品的壁两侧都受热，每毫米壁厚达到温度平衡至少需要30秒。

31 (4) 将热水槽网篮中装满水的供试品迅速转送到温度为 t_2 的冷水槽中，
32 供试品的转送过程必须在 $10 \text{ 秒} \pm 2 \text{ 秒}$ 的时间内完成。

33 (5) 供试品必须完全浸没在水槽中，保持30s，然后将装有供试品的网篮
34 从冷水槽中取出。从冷水槽中取出的供试品经立即检验，凡无破碎、无裂纹和无破
35 损的供试品方可判定为合格品。

36 注：(1) 检验中没有破损的供试品不可再用于其他试验。

37 (2) 若热水槽温度已升到 95°C ，而试验尚未结束，则可通过降低冷水
38 槽的温度继续进行。

39 第二法 烘箱法

40 本法适用于试验温差为 80°C 或高于 80°C 的各类药用玻璃容器。

41 仪器装置 烘箱：温度至少可达 300°C ，并装备空气搅拌器或循环器，以
42 保证温度变化不超过 $\pm 5^\circ\text{C}$ ，烘箱必须装备一个自动调温器，至 180°C 能保持
43 温度波动在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以内，在 $180 \sim 300^\circ\text{C}$ 能保持温度波动在 $\pm 2^\circ\text{C}$ 以内。

44 冷水槽：与第一法所要求的冷水槽相同。网篮：与第一法所要求的网篮相
45 同。夹钳：用隔热材料包头，使用时应保持干燥。

46 测定法

47 (1) 供试品应为未经受其它性能（如机械、热性能等）测试的制品，试
48 验前应先将供试品装入网篮中置于预热到上限温度 t_1 的烘箱中，然后将供试
49 品在该温度下保持至少30分钟，以保证供试品与环境温度一致。

50 注：经验证明，达到温度平衡所需的时间取决于供试品的最大厚度，如果
51 要确保供试品的壁两侧都受热，每毫米壁厚达到温度平衡至少需要6分钟。

52 (2) 用带隔热包头的夹钳将供试品从烘箱中取出，如果同时试验两个或
53 两个以上供试品时，从烘箱中取出装有供试品的网篮，并将供试品高度的一
54 半（如果是带颈的瓶，就是指不算瓶颈部总高度的一半），（或连同网篮）完
55 全浸没在冷水槽中，保持30s，冷水槽应靠近烘箱，并保持在 $0 \sim 27^\circ\text{C}$ 的下限
56 温度 t_2 。烘箱与冷水槽的温差分别由两支已校准的温度计测定，此温差值和

57 将供试品送入冷水槽时所要求的温差不应大于 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 。每个供试品的转送过程
58 须在5秒 ± 1 秒的时间内完成。

59 注：转送过程是指从打开烘箱开始，到供试品浸入冷水中为止。

60 (3) 从冷水槽中取出的供试品经立即检验，凡无破碎、无裂纹和无破损的供试
61 品方可判定为合格。

62 注：检验中没有破损的供试品不可再用于其他试验。

63 结果判定

64 热冲击：按规定的 t_1 和 t_2 温差进行热冲击试验后，破裂的供试品数量低
65 于规定数，则判定为合格。

66 热冲击强度：按上述试验步骤，以每次 $5\sim 10^{\circ}\text{C}$ 的温差递增量进行重复试
67 验，以供试品有 50% 破裂时的温差表示。其温差值可由供试品的累计破裂百
68 分数与对应温差所绘制的曲线上取得。

起草单位：中国食品药品检定研究院 联系电话：010-67095110

参与单位：中国医药包装协会、国家食品药品监督管理局药品包装材料
科研检验中心、北京市药品包装材料检验所、山东省医疗器械和药品包装检
验研究院、山西省药品检验所、江西省药品检验检测研究院、四川省药品检
验研究院、深圳市药品检验研究院、山东省药用玻璃股份有限公司、成都平
原尼普洛药业包装有限公司、双峰格雷斯海姆医药玻璃（丹阳）有限公司、
重庆正川医药包装材料股份有限公司、沧州四星玻璃股份有限公司、山东力
诺特种玻璃股份有限公司、宁波正力药品包装有限公司、肖特玻管（浙江）
有限公司

玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法起草说明

一、制修订的目的意义

1. 玻璃容器热冲击及热冲击强度的测定,是评估药用玻璃容器耐热性能的重要指标。当耐热冲击不合格,样品在经受高温灭菌或温度变化时,会发生破裂的现象,从而导致药品的污染和损坏。因此考察玻璃容器热冲击及热冲击强度是非常有必要的。

2. 形成“玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法”方法标准,科学有效指导玻璃容器耐热冲击强度测定。

二、起草过程

1. 查阅国内外相关标准并进行了标准比对。

2. 根据与参与单位沟通交流,初步设计标准制定的方案,编写草案。

3. 形成“玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法”,进一步向企业和检验检测机构寻求意见,完善标准,确定征求意见稿。

三、制修订的总体思路

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路,参照国家药包材标准《热冲击和耐热冲击强度测定法》(YBB00182003-2015)、国家 GB 标准《玻璃容器 抗热震性和热震耐久性试验方法》(GB/T 4547-2007)与 ISO 标准《Glass containers - Thermal shock resistance and thermal shock endurance - Test methods》(ISO 7459: 2004)的标准比对,收集了在日常试验时存在的问题,增加该检测方法的可操作性,完善本测定法。

四、需重点说明的问题

本标准是新增方法标准,确定的主要内容是:

1. 名称:参照《中国药典》2020年版及命名原则,删除拼音及英文名称,名字修改为“玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法”。

2. 正文

2.1 参照《中国药典》2020年版进行格式修订。

2.2 仪器装置 因与下文重复,删除“低温范围 0~27℃”。

2.3 第一法测定法(2):参照国家 GB 标准《玻璃容器 抗热震性和热震

耐久性试验方法》(GB/T 4547-2007)与 ISO 标准《Glass containers – Thermal shock resistance and thermal shock endurance – Test methods》(ISO 7459: 2004)增加了“使其有足够的深度浸没容器顶部至少 50mm”。

2.4 第一法测定法(3): 参照国家 GB 标准《玻璃容器 抗热震性和热震耐久性试验方法》(GB/T 4547-2007)与 ISO 标准《Glass containers – Thermal shock resistance and thermal shock endurance – Test methods》(ISO 7459: 2004), 将“供试品至少浸泡 15 分钟。”修订为“让其至少浸泡 5 分钟”。

2.5 第一法测定法(4): 参照国家 GB 标准《玻璃容器 抗热震性和热震耐久性试验方法》(GB/T 4547-2007)与 ISO 标准《Glass containers – Thermal shock resistance and thermal shock endurance – Test methods》(ISO 7459: 2004), 将“浸没时间规定至少 8 秒, 但不超过 2 分钟。”修订为“保持 30s, 然后将装有供试品的网篮从冷水槽中取出。”。

2.6 第一法结果表示: 由于破坏性试验、递增性试验与热冲击强度试验中有雷同, 建议删除破坏性试验、递增性试验。并规范文字格式, 修改为“热冲击试验: 按规定的 t_1 和 t_2 温差进行热冲击试验后, 供试品的破裂数低于规定数, 则判为合格。”

热冲击强度试验: 按规定的试验步骤, 以每次 $5\sim 10^{\circ}\text{C}$ 的温差递增量进行重复试验, 以供试品有 50% 破裂时的温差表示。其温差值可由供试品的累计破裂百分数与对应温差所绘制的曲线上取得。

注: 若热水槽温度已升到 95°C , 而试验尚未结束, 则可通过降低冷水槽的温度而继续进行。”。

2.7 第一法: 参照《中国药典》2020 年版调整格式, 将结果判断与测定内容合并到第二法结果表示。

2.8 第二法: 参照《中国药典》2020 年版进行格式修订。将结果判断与测定内容合并到结果表示。

2.9 第二法结果表示: 由于破坏性试验、递增性试验与热冲击强度试验中有雷同, 建议删除破坏性试验、递增性试验。并规范文字格式, 修改为“热冲击试验: 按规定的 t_1 和 t_2 温差进行热冲击试验后, 供试品的破裂数低于规定数, 则判为合格。”

附件 2-5 玻璃容器垂直轴偏差和圆跳动测定法征求意见稿**4020 玻璃容器垂直轴偏差和圆跳动测定法**

垂直轴偏差系指玻璃瓶绕瓶底中心轴旋转一周时，瓶口的中心绕瓶底中心轴所作圆的直径的二分之一，是指瓶口的中心到通过瓶底中心垂直线的水平偏差。圆跳动系指玻璃安瓿绕瓶底中心轴旋转一周时，丝外径的最大变化量。

本法适用于形状为圆形或瓶底轴线可固定的药用玻璃瓶的垂直轴偏差或玻璃安瓿圆跳动的测定。

仪器装置

垂直轴偏差仪或圆跳动仪应符合技术要求：应保证供试品瓶底水平放置时，可测得供试品瓶口中心与瓶底中心垂直轴的水平距离。有固定瓶底或保证瓶底与水平面的接触的方法或设备，可使瓶子旋转的底盘或可靠的旋转方法，保证瓶子在旋转过程中始终保持瓶底轴线的稳定。保证足够的高度且平行于瓶底轴线的立柱。立柱上可加装测量装置（如位移传感器、刻度尺、百分表或读数显微镜等）。测量装置与瓶口外沿接触，且有平行于瓶口外沿的接触平面，以保证在瓶口旋转过程中瓶口轴线变化有足够的接触。

测定法

将供试品瓶底夹持固定在水平板的旋转盘上，垂直轴偏差测定时，使瓶口与测量装置接触旋转，360°读取最大值和最小值；圆跳动测定时，应将烧结点（熔封点）与测量装置接触，旋转 360°读取最大值和最小值。如使用“V”形座测量时，则将供试品紧靠在“V”槽内，保证供试品固定不动，并旋转瓶子 360°，读取最大值和最小值。

结果计算和表示

垂直轴偏结果由上述测定法中读取的最大值与最小值之差的二分之一表示。

圆跳动结果由上述测定法中读取的最大值与最小值之差表示。

测量数值精确度应不小于 0.1mm。

参与单位：中国医药包装协会、国家食品药品监督管理局药品包装材料科研检验中心、北京市药品包装材料检验所、山东省医疗器械和药品包装检验研究院、山西省药品检验所、江西省药品检验检测研究院、四川省药品检验研究院、深圳市药品检验研究院、山东省药用玻璃股份有限公司、成都平原尼普洛药业包装有限公司、双峰格雷海姆医药玻璃（丹阳）有限公司、重庆正川医药包装材料股份有限公司、沧州四星玻璃股份有限公司、山东力诺特种玻璃股份有限公司、宁波正力药品包装有限公司、肖特玻管（浙江）有限公司

玻璃容器垂直轴偏差和圆跳动测定法起草说明

一、制修订的目的意义

1. 玻璃容器垂直轴偏差和圆跳动，在玻璃瓶灌装生产效率，安全性能的衡量上有一定参考意义。因此考察玻璃容器垂直轴偏差和圆跳动是非常有必要的。

2. 形成“玻璃容器垂直轴偏差和圆跳动测定法”方法标准，科学有效指导形状为圆形的药用玻璃瓶垂直轴偏差、安瓿圆跳动的测定。

二、起草过程

1. 查阅国内外相关标准并进行了标准比对。

2. 根据与参与单位沟通交流，初步设计标准制定的方案，编写草案。

3. 形成“玻璃容器垂直轴偏差和圆跳动测定法”，进一步向企业和检验检测机构寻求意见，完善标准，确定征求意见稿。

三、制修订的总体思路

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路，参考国家药包材标准《垂直轴偏差测定法》YBB00192003-2015、国家 GB 标准《玻璃瓶罐垂直轴偏差试验方法》GB/T 8452-2008 与 ISO 标准《Glass bottles — Verticality — Test method》ISO 9008-1991 的标准比对，收集了在日常试验时存在的问题，参考标准比对，增加该检测方法的可操作性，完善本测定法。

四、需重点说明的问题

本标准是新增方法标准，确定的主要内容是：

1. 名称：参照《中国药典》2020年版及命名原则，删除拼音及英文名称，名字修改为“玻璃容器垂直轴偏差和圆跳动测定法”。

2. 正文

2.1 参照《中国药典》2020年版进行格式文字修订。

2.2 增加圆跳动定义。

2.3 调整格式增加了结果表示。

征求意见稿

附件 2-6 玻璃线热膨胀系数测定法征求意见稿

4021 玻璃线热膨胀系数测定法

本法适用于测定与玻璃线热膨胀系数对照物质（国家药品标准物质，下称玻璃标准物质）相近的玻璃容器的线热膨胀系数。

测定原理 将玻璃标准物质与供试品叠烧在一起，拉成细丝，如果两种玻璃线热膨胀系数不同，细丝会出现弯曲，根据丝的弯曲方向和弯曲程度可测出供试品的线热膨胀系数。

仪器装置

加热装置 喷灯，以煤气、液化石油气或天然气为气源，用压缩空气或氧气助燃。

特制夹子 由铁或钢质材料等制成，推荐尺寸长 200mm、宽 20mm、厚 1mm。为防止烫手应在手柄端 100 mm 处镶两片绝缘板，如图 1 所示。

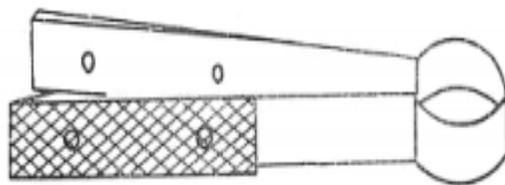


图 1 特制夹子

镊子 用于拉玻璃丝。

千分尺及支座 精度不低于 0.01mm。

测量用标尺 由 250mm×300mm 大小的玻璃板和玻璃镜各一块组成，镜面上贴有经校准的坐标纸，标出横竖坐标轴线，在横向相距 200mm 处两个点周围和竖线两侧各切除 3mm 坐标纸，露出镜面，竖线两侧切去部分上下各 60mm，如图 2 所示。

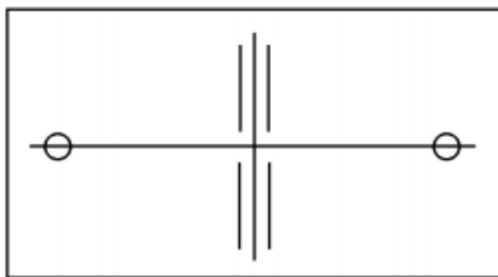


图 2 测量用标尺

21

22

23 **测定法** 将玻璃标准物质一端烧软,用特制夹子(如图 1)夹扁;再烧软,
24 拉长 20mm~30mm;再次烧软,拉(剪)去前面尖头,制成宽约 6mm、长约 20mm、
25 厚约 1mm 的铲形。

26 取一小块的供试品(不应有影响测试结果的玻璃缺陷,如结石、结瘤、
27 气泡等),粘于预先准备的玻璃棒上,按上法做成铲形,要求两个铲形宽度、
28 厚度基本一致。将两个铲形重叠,烧在一起,不可有气泡,把沾有供试品的
29 棒端烧掉。

30 将烧在一起的铲形玻璃拉成直径 0.10mm~0.14mm,长度不短于 300mm 的
31 丝,拉时两手平行,防止玻璃丝扭曲。观察判断丝弯曲方向,玻璃丝冷却后
32 截断。每个铲形可拉制 5 条~6 条玻璃丝,供选择测试使用,拉丝步骤如图 3
33 所示。

34

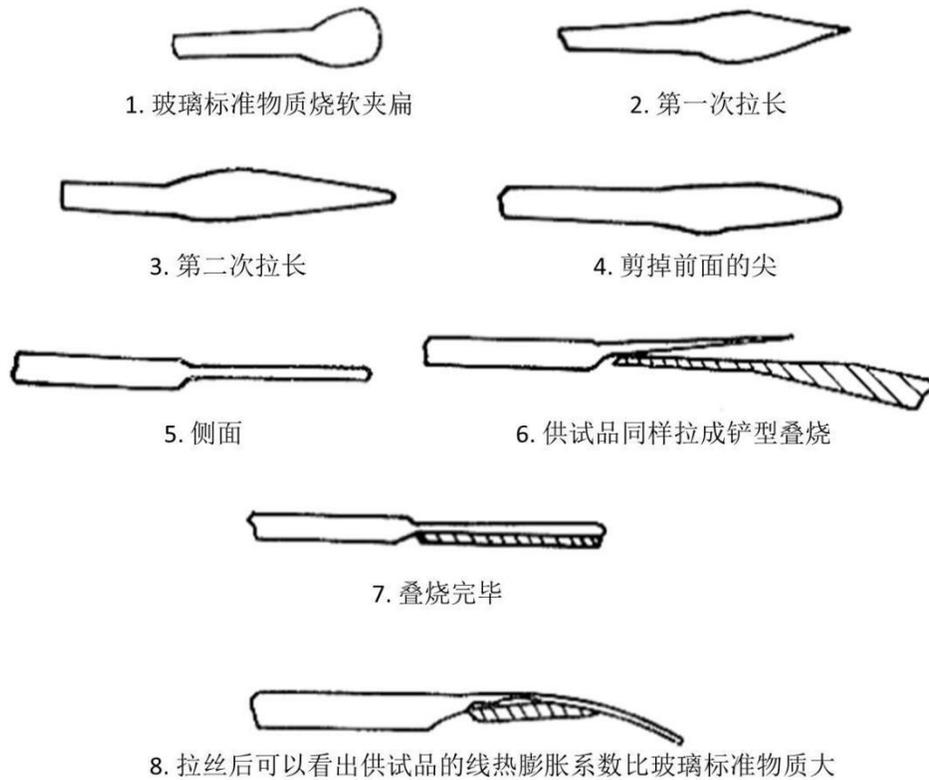
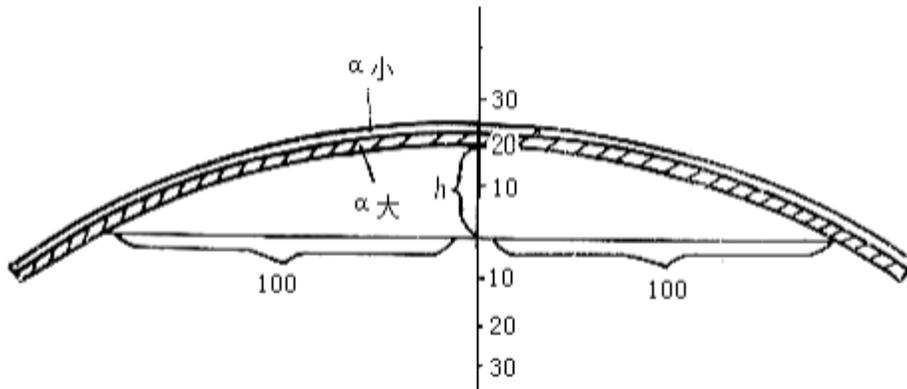


图 3 拉丝过程

35

36

37 玻璃丝冷却后，会向膨胀系数较大的一方弯曲，弯曲的程度与两玻璃膨
 38 胀系数之差值成正比。如向供试品方向弯，则玻璃标准物质的 α_0 加上 $\Delta\alpha$ ，反
 39 之则玻璃标准物质的 α_0 减去 $\Delta\alpha$ ，即为供试品的线热膨胀系数。用千分尺选测
 40 丝径在 0.10mm~0.14mm 的玻璃丝，截取 220mm~230mm 长，读出截取的长
 41 度内中点和两端的丝径，三个测量点的丝径差应不大于 0.02mm，取三个丝径
 42 的平均值为 d ，以 mm 计。如玻璃丝弯曲程度大，截取长度应取长些。把截好
 43 的玻璃丝呈自由状下落放在玻璃板上，移动玻璃板，使玻璃丝上两点正对镜
 44 面坐标纸上距离中点相距 100mm 处的两个点上，读出中间弯曲高度 h ，以
 45 mm 计，精确到小数点后 1 位。弯曲高度测 3 次，取平均值，如图 4 所示。



(单位: mm)

图 4 丝的弯曲测量

46
47

线热膨胀系数 α 可按下列式计算:

$$\alpha = \alpha_0 \pm \Delta \alpha$$

49 式中 α 为供试品的线热膨胀系数;

50 α_0 为玻璃标准物质的线热膨胀系数;

51 $\Delta \alpha$ 为玻璃标准物质与供试品的线热膨胀系数之差。

52 当 $h \leq 20\text{mm}$ 时, 玻璃标准物质与供试品的线热膨胀系数之差 $\Delta \alpha$ 可按下列式计算:

$$\Delta \alpha = 0.14hd \times 10^{-6} \text{ k}^{-1}$$

55 式中 h 为弯曲高度, mm;

56 d 为丝的直径, mm。

57 当 $h > 20\text{mm}$ 时, 玻璃标准物质与供试品的线热膨胀系数之差 $\Delta \alpha$ 可按下列式计算:

$$\Delta \alpha = \frac{0.14hd}{1+h^2 \times 10^{-4}} \times 10^{-6} \text{ k}^{-1}$$

60 式中 h 为弯曲高度, mm;

61 d 为丝的直径, mm。

62 结果表示

63 以三根玻璃丝测量结果的算术平均值表示, 三个数值极差应小于 $0.02 \times 10^{-6} \text{ k}^{-1}$ 。

66

起草单位：中国食品药品检定研究院、北京市药品包装材料检验所、山东力诺特种玻璃股份有限公司
联系电话：010-67095110

参与单位：中国医药包装协会、国家食品药品监督管理局药品包装材料科研检验中心、上海市食品药品包装材料测试所、山东省医疗器械和药品包装检验研究院、山西省药品检验所、江西省药品检验检测研究院、深圳市药品检验研究院、山东省药用玻璃股份有限公司、成都平原尼普洛药业包装有限公司、双峰格雷斯海姆医药玻璃（丹阳）有限公司、肖特玻管（浙江）有限公司、沧州四星玻璃股份有限公司、宁波正力药品包装有限公司

玻璃线热膨胀系数测定法修订说明

一、制修订的目的与意义

为了有效加强对药用玻璃材料和容器的质量控制，保证药品质量，便于药品生产企业的使用，根据国家药典委员会构建药包材标准体系的要求，制定玻璃线热膨胀系数测定法方法标准。

二、起草过程

1. 现有标准比对：《国家药包材标准》线热膨胀系数测定法（YBB00212003-2015）、国家标准 GB/T 28194-2011 玻璃 双线法线热膨胀系数的测定、QB/T 2298-1997 双线法测玻璃线热膨胀系数，三个标准的标准比对。

2. 各参与单位关于本标准的意见反馈及实验室验证。

三、制修订的总体思路

本标准是在参考中国药典（2020 年版）、《国家药包材标准》YBB00212003-2015 线热膨胀系数测定法相关内容的基础上，根据中国药典格式编制。

1. 按照药典格式，将原标准中拼音、英文名称、适用范围删除。
2. 测定法中，标准玻璃的制备删除，标准玻璃通篇修改为玻璃线热膨胀系数对照物质（国家药品标准物质），下称玻璃标准物质。

3. 仪器装置中，对特制夹子进行描述，增加“由铁或钢质材料等制成”，给出推荐尺寸，以及在手柄端镶绝缘板。

4. 原标准中，“取一小块被测试样…不得有玻璃缺陷”，由于没有规定具体的玻璃缺陷种类，为表述准确，在修订时具体说明，修改为“取一小块的供试品（不应有影响测试结果的玻璃缺陷，如结石、结瘤、气泡等）”。

5. 原标准中，“将烧在一起的铲形玻璃拉成直径 0.10~0.14mm，长约 600mm 的丝”，根据经验和总结的数据，拉出的丝可以很长，但符合直径 0.10~0.14mm 标准的丝，长度达到 300mm 即可满足测试条件，因此本处修改为“将烧在一起的铲形玻璃拉成直径 0.10mm~0.14mm，长度不短于 300mm 的丝”。

6. 原标准中，“丝冷却后截断，观察判断丝弯曲方向”，按照实验操作，修订为“观察判断丝弯曲方向，玻璃丝冷却后截断”。

7. 原标准中，“用千分尺选测直径在 0.10~0.14mm 的丝，截取 220~230mm 长度，如弯曲度大，应取长些，在截取的长度内中点和两端的直径差不应大于 0.02mm”。此处未规定丝径 d 的读法，因此，本处修订时增加了丝径 d 的规定，修改语句顺序使更通顺，修改后标准为“用数显千分尺选测丝径在 0.10mm~0.14mm 的玻璃丝，截取 220mm~230mm 长，读出截取的长度内中点和两端的丝径，三个测量点的丝径差不应大于 0.02mm，取三个丝径的平均值为 d ，以 mm 计。如玻璃丝弯曲度大，截取长度应取长些”。

8. 原标准中规定“使玻璃丝上两点正对镜面坐标纸相距 200mm 的点上”，为更明确实验操作，修改为“使玻璃丝上两点正对镜面坐标纸上距离中点相距 100mm 处的两个点上”。

9. 原标准中规定，“读出中间弯曲高度 h ，以毫米计。弯曲度高要多测几次，取平均值”，为更准确的描述高度 h 的读法、精确度、次数，将原文修改为“读出中间弯曲高度 h ，以 mm 计，精确到小数点后 1 位。弯曲高度测 3 次，取平均值”。

10. 原标准中结果表示时，要求“三个数值之间误差”，误差分为很多种，根据操作经验和实验结果，此处要求具化修改为“三个数值极差”。

11. 原标准中规定“为简化计算，可预先计算出各种弯曲、各种直径之数值列成表格，查表即可直接出结果”，此步骤是为了测试单位使用方便的推荐

性步骤，无需列在药典的方法标准中，因此删除。

12. 按照中国药典书写规范修改格式。

征求意见稿

附件 2-7 玻璃平均线热膨胀系数测定法征求意见稿

4022 玻璃平均线热膨胀系数测定法

平均线热膨胀系数是玻璃重要的物理特性，系指玻璃在一定温度范围内，温度升高 1℃，单位长度上的伸长量。本法规定了远低于转变温度的弹性固体玻璃的平均线热膨胀系数的测定方法。本法适用于各种材质药用玻璃平均线热膨胀系数的测定。

测定原理

本法是将一定长度的样品按规定的升温方式加热到一定温度，测定温度升高后样品的伸长量，计算出样品的平均线热膨胀系数。用式表示为：

$$\alpha(t_0;t) = \frac{1}{L_0} \times \frac{L - L_0}{t - t_0}$$

式中： t_0 为初始温度或基准温度，℃；

t 为供试品加热后的温度，℃；

L_0 为试验时玻璃供试品在温度 t_0 时的长度，mm；

L 为供试品在温度 t 时的长度，mm。

药用玻璃产品线热膨胀系数指标的温度范围是（20~300℃），则标称基准温度 t_0 是 20℃，供试品实际温度 t 是 300℃，也可表示为 $\alpha(20^\circ\text{C}; 300^\circ\text{C})$ 。

仪器装置

(1) 卡尺，精度为 0.1%。

(2) 推杆式膨胀仪（水平或垂直），能测出 $2 \times 10^{-5} L_0$ 的供试品长度变化量（即 $2\mu\text{m}/100\text{mm}$ ）。测长装置的接触力不应超过 1.0N。这个力通过平面与球面的接触起作用，球面的曲率半径不应小于供试品的直径，在一些特殊的装置中需要平行平面。

承载供试品装置，应确保供试品安放在稳固的位置上，在整个试验过程中供试品要与推杆轴在同一轴线上，防止有任何微小改变。

(3) 加热炉

加热炉应与膨胀仪装置相匹配，其温度上限要比预期的转变温度至少高 50℃左右，加热炉相对于膨胀仪的工作位置在轴向和径向上应具有 0.5mm 以

27 内的重现性。

28 在试验温度范围内（即上限温度比最高的预期的转变温度 t_g 低 150°C 并至
29 少为 300°C ），在整个供试品长度区间，炉温应能恒定在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 之内。炉温控制
30 装置应符合升降速率为 $5^\circ\text{C}/\text{min} \pm 1^\circ\text{C}/\text{min}$ 控制要求。在 t_0 和 t 温度范围内，能
31 准确测定供试品的温度，误差应小于 $\pm 1^\circ\text{C}$ 之内。

32 为了核对整个试验装置是否在正常的运行，应采用玻璃平均线热膨胀系数
33 对照物质（国家药品标准物质）进行校准仪器。

34 **供试品的制备** 选取外观无明显缺陷的供试品，用机械切割或其他加工
35 的方法制成仪器所需的形状和尺寸（如供试品可以是直径为 $5\sim 6\text{mm}$ ，长度为
36 $18\sim 100\text{mm}$ 的圆棒，或满足仪器要求的其他形状尺寸），长度 L_0 至少应为膨
37 胀仪测长装置的分辨率的 5×10^5 倍。

38 注：供试品在试验前应退火：将供试品加热到比转变温度高大约 30°C ，然
39 后以 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率将供试品冷至比转变温度低大约 150°C ，在无通风的条件
40 下将供试品进一步冷却至室温。

41 测定法

42 (1) 试验温度范围的选择

43 根据实际原因，标称基准温度一般为 $18^\circ\text{C} \leq t_0 \leq 28^\circ\text{C}$ ，终点温度一般为
44 $290^\circ\text{C} \leq t \leq 310^\circ\text{C}$ 。温度和温差读数精度均应为 $\pm 1^\circ\text{C}$ ，虽然在结果表示的实际
45 计算中应使用温度的实际测量值，但是试验范围的标识用标称温度表示。对
46 于用标称温度表示的给定系数 a (20°C ; 300°C)，只要所选的实际温度在规定的
47 限度内，系数所受影响可以小到忽略不计。

48 (2) 基准长度的测定

49 在基准温度 t_0 时，测定退过火的供试品的基准长度 L_0 ，然后放供试品在
50 膨胀仪内，稳定 5min 以上。

51 (3) 试验方法一：升温试验

52 在初始温度为 t_0 时确定膨胀仪的位置，并将这个读数作为将要测量的未校
53 正的 length 变化量 ΔL_{meas} 的零点，然后将加热炉按照所需的加热程序开始升温。
54 记录温度 t 和相应的 length 变化量 ΔL_{meas} 直到达到所需要的终点温度。除另有
55 规定外，升温速率应不超过 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

56 (4) 试验方法二：恒温试验

57 在初始温度为 t_0 时确定膨胀仪的位置, 并将这个读数作为将要测量的未校
58 正的 长度变化量 ΔL_{meas} 的零点, 然后加热使炉温达到所选择的终点温度 t ,
59 并保持炉温恒定到 $t \pm 2^\circ\text{C}$, 20min 后从膨胀仪上读取 ΔL_{meas} 的值。

60 注: 虽然升温试验能够在试验进行中测定各种温度 t 的系数 $a(t_0; t)$, 如
61 果只要求一个终点温度 t 时, 应优先采用恒温试验, 因为这个试验能提供比较
62 好的精度。

63 结果的计算和表示

$$64 \quad a(t_0; t) = \frac{1}{L_0} \times \frac{\Delta L_{meas}}{t - t_0}$$

65 式中 $a(t_0; t)$ 为供试品的平均线热膨胀系数

66 t_0 为初始温度或基准温度, $^\circ\text{C}$;

67 t 为供试品加热后的温度, $^\circ\text{C}$;

68 L_0 为试验时玻璃供试品在温度 t_0 时的长度, mm;

69 ΔL_{meas} 为供试品在温度 t 时修正后的长度变化量, mm。

70 注: 由于承载样品的装置在测量升温过程中会发生相应的热膨胀, 升温过程
71 中测量温度的测量点和试验供试品之间存在温差, 仪器测量系统应按仪器提
72 供的方法进行修正。

73 计算两个供试品的 $a(t_0; t)$, 一般 t_0 为 20°C , t 为 300°C , a 表示为 $(20^\circ\text{C};$
74 $300^\circ\text{C})$ 如果 $a(20^\circ\text{C}; 300^\circ\text{C}) < 10 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ 取两位有效数字, 如果 $a(20^\circ\text{C};$
75 $300^\circ\text{C}) \geq 10 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ 取三位有效数字。

76 如果两个供试品的测定结果偏差不大于 $0.2 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$, 取平均值。否则, 须
77 取另外两个供试品重做试验。

起草单位: 中国食品药品检定研究院

联系电话: 010-67095110

参与单位: 中国医药包装协会、国家食品药品监督管理局药品包装材料
科研检验中心、北京市药品包装材料检验所、山东省医疗器械和药品包装检
验研究院、山西省药品检验所、江西省药品检验检测研究院、四川省药品检
验研究院、深圳市药品检验研究院、山东省药用玻璃股份有限公司、成都平

原尼普洛药业包装有限公司、双峰格雷斯海姆医药玻璃（丹阳）有限公司、重庆正川医药包装材料股份有限公司、沧州四星玻璃股份有限公司、山东力诺特种玻璃股份有限公司、宁波正力药品包装有限公司、肖特玻管（浙江）有限公司

玻璃平均线热膨胀系数测定法起草说明

一、制修订的目的意义

1. 平均线热膨胀系数测定法适用于各种材质药用玻璃平均线热膨胀系数的测定。不仅决定盛装药品的玻璃容器在高温灭菌、低温冷冻等过程中能否承受温度的变化，同时还与玻璃的组成和结构密切相关，因此玻璃生产中常用监测线热膨胀系数的手段控制玻璃配方的变化，也是玻璃材质分类鉴别的重要指标。因此考察玻璃平均线热膨胀系数是非常有必要的。

2. 形成“玻璃平均线热膨胀系数测定法”方法标准，科学有效指导玻璃平均线热膨胀系数的测定。

二、起草过程

1. 查阅国内外相关标准并进行了标准比对。
2. 根据与参与单位沟通交流，初步设计标准制定的方案，编写草案。
3. 形成“玻璃平均线热膨胀系数测定法”，进一步向企业和检验检测机构寻求意见，完善标准，确定征求意见稿。

三、制修订的总体思路

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路，参考国家药包材标准《平均线热膨胀系数测定法》YBB00202003-2015、国家 GB 标准《平均线热膨胀系数的测定》GB/T 16920-2015 与 ISO 标准《Glass-Determination of coefficient of mean linear thermal expansion》ISO 7991-1987 的标准比对，收集了在日常试验时存在的问题，参考标准比对，增加该检测方法的可操作性，完善本测定法。

四、需重点说明的问题

本标准是新增方法标准，确定的主要内容是：

1. 名称：参照《中国药典》2020 年版及命名原则，删除拼音及英文名称，

修改为“玻璃平均线热膨胀系数测定法”。

2. 正文

2.1 参照《中国药典》2020年版进行格式文字修订。

2.2 仪器装置：参照 GB/T 16920-2015 与 ISO 7981-1987 标准，将“温度测定装置能够准确测量温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ”修订为“温度测定装置能够准确测量温度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ”。

2.3 供试品的制备：根据仪器不同，需要制备不同供试品，故增加“用机械切割或其他加工的方法制成仪器所需的形状和尺寸”。另修改了注，增加“（1）供试品在试验前应退火”，修改了“（2）供试品的形状和尺寸：供试品可以是直径为5mm，长度为25~100mm的圆棒，也可以是截面为5mm×5mm、长度为25~100mm的正方形棒，也可以是样品本身。”

2.4 参照《中国药典》2020年版进行格式文字修订，删除结果的计算和表示。

附件 2-8 有色玻璃容器遮光性测定法征求意见稿**4023 有色玻璃容器遮光性测定法**

遮光性系指物体阻挡光透过的特性。有色玻璃容器对光线比较敏感的药物可起到保护作用，通常以透光率表示。当光穿过测试样品时，透光率随光的波长、玻璃成分、颜色深浅、厚度不同而不同。

本法适用于有色玻璃容器的遮光性测定。

测试原理

本法是将光源发出的光束通过单色器成为不同波长的平行光束，垂直照射于测试样品，计算透过光强与入射光强的比值。

仪器装置

紫外分光光度计，并装有能与积分球耦合的光电二极管检测器或光电倍增管。

壁厚测试仪，精度 0.01mm。

供试品的制备

取供试品 5 支，分别用碳基或金刚砂基砂轮切割成长条状。长度方向与样品的轴线方向平行，供试品的轴线方向长度以正好遮住仪器狭缝为宜。供试品大小应能固定在仪器比色托架上，通常为 4cm×1cm。如样品较小，不能覆盖样品池，将未覆盖的部分用不透明纸或胶带遮蔽。

切割后的供试品用试验用水或无水乙醇溶液清洗干净、用擦镜纸或脱脂棉擦净供试品表面，自然晾干，避免在表面留下指纹或其他污渍。在切割、清洗过程中，应避免擦伤样品表面。

测定法

将供试品置于分光光度计中，其圆柱轴平行于狭缝，这样光束垂直于截面的表面，并且反射造成的损失最小。以空气为参比，测量供试品在 290~450nm 光谱区间，连续的或不大于 20nm 间隔的透光率。

如果关注有色玻璃材质本身的遮光性能，需要测量供试品的厚度：在供试品中间部位选取三个不同点，用壁厚测试仪测量厚度，结果取三个点厚度的平均值。

28 结果计算和表示

29 有色玻璃容器遮光性能以波长范围内测得的最大透光率表示。

30 如果关注有色玻璃材质本身的遮光性能，则以波长范围内测得最大透光
31 率与供试品光斑覆盖处平均厚度的比值表示。

起草单位：中国食品药品检定研究院 联系电话：010-67095110

复核单位：中国食品药品检定研究院、国家食品药品监督管理局药品包装材料科研检验中心、北京市药品包装材料检验所、四川省药品检验研究院、双峰格雷斯海姆医药玻璃有限公司、山东省药用玻璃股份有限公司、重庆正川医药包装材料股份有限公司。

参与单位：沧州四星玻璃股份有限公司、山东力诺特种玻璃股份有限公司、宁波正力药品包装有限公司。

有色玻璃容器遮光性测定法起草说明

一、制修订的目的意义

1. 部分药品对光线比较敏感，对包装有避光的需求，因此考察玻璃容器的避光性能是非常有必要的。

2. 现行美国药典、欧洲药典、日本药局方均收载此项目，我国药典中暂不涉及，应填补此空白。

3. 形成“有色玻璃容器遮光性测定法”方法标准，指导玻璃容器遮光性测定

二、起草过程

1. 查阅与有色玻璃容器遮光性相关的国内外标准并进行了标准比对。

2. 根据与企业咨询沟通，初步确定了适合本国行情的有色玻璃容器遮光性测定法。

3. 收集代表性样品进行了遮光性测定，对测定方法进行了实验验证和结果对比，以优化测定方法。

4. 形成“有色玻璃容器遮光性测定法”征求意见稿。

三、制修订的总体思路

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路，参考 USP43 <660>玻璃容器、EP10.8 3.2.1 药用玻璃容器和 JP17 7.01 注射剂用玻璃容器试验法 中收录的相关标准，制定有色玻璃容器遮光性测定法，并对关键方法进行验证，为实际检测提供可行可靠的方法依据。

四、需重点说明的问题

本标准是新增方法标准，确定的主要内容是：

1. 本标准规定了有色玻璃容器的遮光性定义及表示方式、有色玻璃遮光性测试法的原理。

2020 版《中国药典》四部中规定，遮光系指用不透光的容器包装，例如棕色容器或黑色包装材料包裹的无色透明、半透明容器；避光系指避免日光直射；因此本标准的名称定为有色玻璃容器遮光性测定。

2. 本标准适用于各类有色玻璃容器。

3. 本标准规定了检测有色玻璃遮光性所用仪器，包括紫外-可见分光光度计，如果关注有色玻璃材质本身的遮光性能，还需壁厚测试仪。

紫外-可见分光光度计应配有积分球检测器，以确保玻璃测试时透过的光被全部接收。

4. 本标准确定了供试品的制备方法。

为保证使用仪器可准确测量样品，对样品的数量、尺寸、处理及清洗做了相关规定的要求。

5. 本标准有色玻璃的测试方法。

将供试品置于分光光度计中，其圆柱轴平行于狭缝，这样光束垂直于截面的表面，并且反射造成的损失最小。以空气为参比，测量供试品在 290~450nm 光谱区间，连续的或不大于 20nm 间隔的透光率。

考虑到不同仪器测量精度和稳定性有差别的原因，在不影响结果的基础上，将步长规定为连续或每间隔不大于 20nm。

6. 标准设置了两种结果表示方式。

本标准规定了有色玻璃容器遮光性能以波长范围内测得的最大透光率表示。

考虑到国内外药典有色玻璃遮光性项目的发展趋势及企业需求，建议有色玻璃材质本身的遮光性能以波长范围内测得最大透光率与供试品光斑覆盖处平均厚度的比值表示。

7. 该方法的结果判定详见《中国药典》药品包装用玻璃容器通则征求意见稿。

征求意见稿

附件 2-9 玻璃容器容量测定法征求意见稿

4024 玻璃容器容量测定法

1 玻璃容器的容量可分为标线容量和满口容量。标线容量系指灌装水的液
2 面与标线齐平时，容器内水的体积，也称公称容量；满口容量系指灌装水的
3 液面与瓶口顶部齐平时容器内水的体积。

4 测试环境：供试品和水均应在常温（22℃±5℃）下放置 30 分钟以上。

5 第一法 间接法

6 本法用于玻璃容器的容量测定，通过测量玻璃容器灌装前、后的重量差
7 值，计算玻璃容器的容量。

8 **仪器装置** 分析天平 灵敏度为 0.1g（当称重大于 10g 时，灵敏度不大于
9 0.25g；当称重大于 250g 时，灵敏度不大于 0.5g；当称重大于 1000g 时，灵
10 敏度不大于称重量的 0.125%）。

11 **测定法** 取供试品，清除所有污垢或碎片，将供试品置于天平上称量，
12 记下重量 m_1 （g），然后将供试品置于水平工作台上加水至规定位置（测定标
13 线容量时，加水至液面与供试品内的标线齐平；测定满口容量时，加水至液
14 面与供试品瓶口齐平），注意应保持供试品外壁干燥。再将上述加水供试品置
15 于天平上称量，记下重量 m_2 （g）。

16 **结果计算** 供试品的容量 V （标线容量或满口容量）按下式计算。

$$17 \quad V = (m_2 - m_1) / d$$

18 式中： V 为标线容量或满口容量，ml；

19 m_1 为供试品的重量，g；

20 m_2 为供试品与水的重量，g；

21 d 为水的密度（常温下为 1g/ml）。

22 第二法 直接法

23 **测定法** 取供试品，加水至规定位置（测定标线容量时，加水至液面与供
24 试品内的标线齐平；测定满口容量时，加水至液面与供试品瓶口齐平），将水
25 转移至预经标化的干燥量入式量筒中（量具的大小应使待测体积至少占其额

- 26 定体积的 40%)，尽量倾净。读出每个供试品中水的体积，即为每个供试品
27 的标线容量或满口容量。

起草单位：中国食品药品检定研究院 联系电话：010-67095110

参与单位：中国食品药品检定研究院、中国医药包装协会、国家食品药品监督管理局药品包装材料科研检验中心、北京市药品包装材料检验所、山西省药品检验所、江西省药品检验检测研究院、深圳市药品检验研究院、山东省药用玻璃股份有限公司、成都平原尼普洛药业包装有限公司

玻璃容器容量测定法起草说明

一、制修订的目的意义

为有效加强对药用玻璃材料和容器的质量控制，便于药品生产企业的使用，根据国家药典委员会构建药包材标准体系的要求，制定玻璃容器容量测定

二、起草过程

1. 现有标准比对。
2. 各参与单位关于本标准的意见反馈及实验室验证。
3. 形成“玻璃容器容量测定法”征求意见稿。

三、制订的总体思路

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路，参考《中国药典》（2020年版）通则 0942 最低装量检查法中的容量法、《国家药包材标准》钠钙玻璃输液瓶 YBB00032005-2015、低硼硅玻璃输液瓶 YBB00012004-2015、中硼硅玻璃输液瓶 YBB00022005-2-2015、钠钙玻璃模制药瓶 YBB00272002-2015、低硼硅玻璃模制药瓶 YBB00302003-2015、硼硅玻璃模制药瓶 YBB00052004-2015 和玻璃容器 用重量法测定容量试验方法 GB/T 20858-2007、医用输液器具第 1 部分：玻璃输液瓶 ISO 8106:2004、ISO8362-1:2009 相关内容，并进行实验验证，制定检测方法。

四、需重点说明的问题

1. 按《中国药典》2020年版格式编制本方法。

2. 按《中国药典》2020年版及药包材标准命名原则，拟定标准名称为：
玻璃容器容量测定法。

3. 按现有产品标准和方法标准，起草标准分为直接法和间接法；参考《中国药典》（2020年版）通则 0942 最低装量检查法中的容量法，设定直接法，用量筒直接量取罐装在玻璃容器中至规定位置的水的体积；参考《国家药包材标准》相关产品标准和 GB/T 20858-2007、ISO 8106:2004、ISO8362-1:2009，设定间接法，用天平称取玻璃容量罐装水的前、后重量，计算容器的容量。

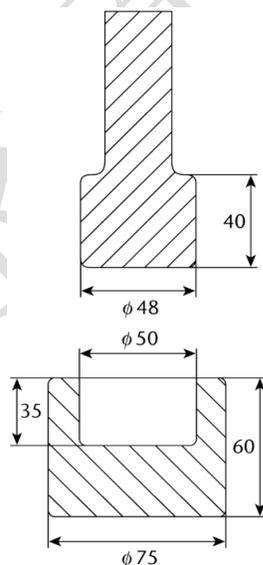
4. 方法规定了称取不同规格玻璃容器使用天平的精度，试验温度范围。

附件 2-10 121℃玻璃颗粒耐水性测定法征求意见稿

4001 4201 121℃玻璃颗粒耐水性测定法

121℃玻璃颗粒耐水性是玻璃材质耐受水浸蚀能力的一种表示方法。121℃玻璃颗粒耐水性测定法是指一定量规定尺寸的玻璃颗粒，在规定的容器内、规定的条件下，用规定量的水加热浸提后，通过滴定浸提液来测量玻璃颗粒受水浸蚀的程度。

仪器装置 压力蒸汽灭菌器、[电子天平](#)、滴定管、锥形瓶、烧杯（注：玻璃容器须用平均线热膨胀系数约为 $3.3 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ 硼硅玻璃或石英玻璃制成，新的玻璃容器须经过老化处理，即将适量的水加入玻璃容器中，按试验步骤中规定的热压条件反复处理，直到水对0.025%甲基红钠水溶液呈中性后方可使用）、烘箱、锤子、由淬火钢制成的碾钵和杵（图）、永久磁铁、一套不锈钢筛（含有A筛：孔径 $425 \mu\text{m}$ ；B筛：孔径 $300 \mu\text{m}$ ；O筛：孔径 $600 \sim 1000 \mu\text{m}$ ）。



单位：mm

图 碾钵和杵

试验用水应符合下列要求：

（1）试验用水不得含有重金属（特别是铜），必要时可用双硫脲极限试验法检验，其电导率在 $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 时，不得超过 0.1mS/m 。

19 (2) 试验用水应在经过老化处理的锥形瓶中煮沸15分钟以上，以去除二氧化
20 碳等溶解性气体。

21 (3) 试验用水对0.025%甲基红钠水溶液应呈中性，即在50ml水中加入0.025%
22 甲基红钠水溶液4滴，水的颜色变为橙红色(pH5.4~5.6) ~~该水可用于做空白~~
23 试验。

24 **供试品的制备** 将供试品击打成碎块，取适量放入碾钵，插入杵，用锤
25 子猛击杵，只准击一次，将碾钵中的玻璃转移到套筛上层的O筛上，重复上述
26 操作过程。用振筛机振动套筛(或手工摇动套筛)5分钟，将通过A筛但留在
27 B筛上的玻璃颗粒转移到称量瓶内，玻璃颗粒以多于10g为准。共制备玻璃颗
28 粒3份。

29 用永久磁铁将每份玻璃颗粒中的铁屑除去，移入250ml锥形瓶中，用无水
30 乙醇或丙酮旋动洗涤玻璃颗粒至少6次，每次30ml，至无水乙醇或丙酮清澈为
31 止。每次洗涤后尽可能完全地倾去锥形瓶内的无水乙醇或丙酮。然后将装有
32 玻璃颗粒的锥形瓶放在电热板或其他加热装置上加热，除去残留的丙酮或无
33 水乙醇，转入烘箱中在140℃保持20分钟烘干，取出，置干燥器中冷却。贮存
34 时间不得过24小时。

35 **测定法** 分别取上述玻璃颗粒约10g，精密称定，置250ml锥形瓶中，精
36 密加入试验用水50ml。用烧杯倒置在锥形瓶上，使烧杯内底正好与锥形瓶的
37 口边贴合；或用其他适宜材料盖住口部。将锥形瓶放入压力蒸汽灭菌器，打
38 开排气阀，匀速加热，在20~30分钟之后使蒸汽大量从排气口逸出，并且持续
39 逸出达10分钟，关闭排气阀，继续加热，以平均1℃/min的速率在20~22分钟
40 内将温度升至121℃±1℃，到达该温度时开始计时。在121℃±1℃保持30分钟±1
41 分钟后，缓缓冷却和减压，在40~44分钟内将温度降至100℃(防止形成真空)
42 。当温度低于95℃以下时，从压力蒸汽灭菌器中取出，冷却至室温。取试验
43 用水同法进行空白试验，并将滴定的结果进行空白试验校正。在1小时内完成
44 滴定。

45 在每个锥形瓶中加入0.025%甲基红钠水溶液4滴，用盐酸滴定液(
46 0.02mol/L) 滴定至产生的颜色与空白试验一致。

47 **结果表示** 计算滴定结果的平均值，以每1g玻璃颗粒消耗盐酸滴定液（
48 0.02mol/L）的体积（ml）表示。

49 如果三份供试品滴定的最高体积数与最低体积数的差值超出表1给出的
50 容许范围，则应重新试验。

51 **表1 测得值的容许范围**

每克玻璃颗粒耗用0.02mol/L盐酸的平均测得值（ml）	测得值的容许范围
≤0.10	平均值的25%
>0.10~0.20	平均值的20%
>0.20	平均值的10%

52 **判定分级 结果判定** 玻璃颗粒的耐水性应根据盐酸滴定液（0.02mol/L）
53 的消耗量（ml）按表2进行分级。~~检验结果应符合各品种项下的规定。~~

54
55 **表2 玻璃颗粒试验的耐水性分级**

玻璃耐水级别	每克玻璃颗粒耗用盐酸滴定液（0.02mol/L）的体积(ml)
1级	≤0.10
2级	>0.10~0.85
3级	>0.85~1.50

56

起草单位：中国食品药品检定研究院 北京市药品包装材料检验所 联
系电话：010-67095110

121℃玻璃颗粒耐水性测定法修订说明

一、制修订的目的意义

为了有效加强对药用玻璃材料和容器的质量控制，保证药品质量，便于药品生产企业的使用。根据国家药典委员会构建药包材标准体系的要求，并结合本标准执行以来多方意见的反馈，对原标准《中国药典》2020年版四部4001 121℃玻璃颗粒耐水性测定法进行修订。

二、起草过程

结合药品包装用玻璃容器通则（征求意见稿）以及标准执行以来多方意见的反馈，对原标准中部分内容予以修订。

三、修订的总体思路

1. 标准编号修改为 4201。
2. 仪器装置增加了电子天平。
3. 试验用水，增加了该水可用于做空白试验的说明。
4. 将“结果判定”修改为“判定分级”，其中对应药包材标准体系已无各品种标准，因此删除了“检验结果应符合各品种项下的规定”的要求。
5. 按照“药品包装用玻璃容器通则（征求意见稿）”对玻璃包装容器 121℃ 颗粒耐水性的规定，硼硅玻璃应符合 1 级，钠钙硅玻璃应符合 2 级，并无 3 级的要求，因此删除了表 2 中对 3 级的限度要求。

件 2-11 玻璃容器内表 耐水性测定法征求意见稿

4006 4202 玻璃容器内表 耐水性测定法

玻璃容器内表 耐水性是玻璃容器内表 耐受水浸蚀能力的一种表示方法。玻璃容器内表 耐水性测定法是将 用水注入供 容器到规定的容 ，并在规定的条件下加热， 滴定浸蚀液来测 玻璃容器内表 受水浸蚀的程度。

仪器装置 压力蒸汽灭菌器、电子天平、滴定管、移液管、烧杯、 形瓶（注：玻璃容器 用平均线热膨胀系数约为 $3.3 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ 硼硅玻璃或石英玻璃制成，新的玻璃容器 经 老化处理，即将 的水加入玻璃容器中，然后按测定法中的热压条件反复处理，直到水对 0.025%甲基红 水溶液呈中性后方可使用）。

用水应符合下列要求：

(1) 用水不得含有 属（特别是 ），必要时可用双硫脲极法检 ，其电导率在 $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 时，不得 0.1mS/m。

(2) 用水应在经 老化处理的 形瓶中煮沸 15 分 以上，以去二氧化碳等溶解性气体。

(3) 用水对 0.025%甲基红 水溶液应呈中性，即在 50ml 水中加入 0.025%甲基红 水溶液 4 滴，水的 色变为橙红色（pH5.4~5.6）。水可用于做空白 。

灌装体积的测定 对于注射剂瓶、 液瓶、玻璃药瓶、笔式注射器用玻璃套筒、何灌封注射器用玻璃 管，灌装体积是满口容 的 90%。照玻璃容器容 测定法（ 则 4024）测定满口容 。容 大于 100ml 的容器为其 3 个样品满口容 的平均值；容 100ml 以下的容器为其 6 个样品满口容 的平均值， 算修约到一位小数。其中笔式注射器用玻璃套筒与何灌封注射器用玻璃 管应用惰性材料封其小口 位，再 行后续 。

对于安瓿，灌装体积要 到瓶 缩肩 （图），其灌装体积为测定至少 6 个样品的平均值， 算修约到一位小数。

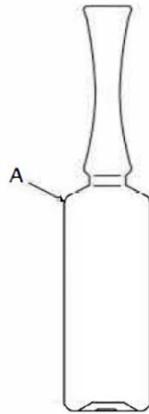


图 安瓿的灌装体积应 到 A 点位置

供 品的制备 供 品的数 取决于玻璃容器的容 、一次滴定所 浸
提液的体积和所 的滴定结果的次数，可按表 1 算。

表 1 用滴定法测定耐水性时所 玻璃容器的数

灌装体积 (ml)	一次滴定所 的最少数	容 器 (个)	一次滴定所 浸 提液的体积 (ml)	滴定 次数
≤3	10		25.0	1
>3~30	5		50.0	2
>30~100	3		100.0	2
>100	1		100.0	3

供 品的清洗 程应在 20~25 分 内完成，清 其中的碎屑或污物。在
环境温度下用蒸 水彻底清洗每个容器至少 2 次，灌满纯化水以备用。临用
前倒空容器，再依次用纯化水和 用水各冲洗 1 次，然后使容器完全排凉
干。

测定法 取清洗干净后的供 品，加 用水至其满口容——(容——大手
100ml 的容器为其 3 个样品满口容 的平均值，容——100ml 以下的容器为其 6
个样品满口容 的平均值，——算修约到一位小数) 的 90%，对于安瓿等容——
小的容器，则灌装水至瓶——缩肩——(其灌装体积为测定至少 6 个样品的平
均值，——算修约到一位小数)，的 90%，灌装体积，用倒置的烧杯(经 老化
处理的)或其他 宜的材料盖住口 。将供 品放入压力蒸汽灭菌器中，开
放排气 ，匀 加热，在 20~30 分 之后使蒸汽大 从排气口 出，并且持
续 出 10 分 ，关 排气 ，继续加热，以平均 1℃/min 的 率在 20~22
分 内将温度升至 121℃±1℃，到 温度时开始 时。在 121℃±1℃保持

48 60分 ±1分 后, 缓缓冷却和减压, 在40~44分 内将温度 至100℃ (

49 止形成真空)。当温度低于95℃以下时, 从压力灭菌器中取出供 品, 冷却至

50 室温。在1小时内完成滴定。

51 按表1规定, 对灌装体积小于等于100ml的玻璃容器, 将若干个容器中的

52 的浸提液合并于一个干燥的烧杯中, 用移液管吸取浸提液至 形瓶中, 同法

53 制备相应的份数。

54 按表1规定, 对灌装体积大于100ml的玻璃容器, 用移液管吸取容器中

55 的100ml浸提液至 形瓶中, 同法制备3份。

56 取 用水, 行空白校正。

57 每份浸提液, 以每25ml为单位, 加入0.025%甲基红 水溶液2滴, 用

58 盐 滴定液(0.01mol/L)滴定至产生的 色与空白 一致。

59 **结果表示** 算滴定结果的平均值, 以每100ml浸提液消耗盐 滴定液

60 (0.01mol/L)的体积(ml)表示。小于1.0ml的滴定值应修约到二位小数,

61 大于或等于1.0ml的滴定值应修约到一位小数。

62 **判定分级 结果判定** 玻璃容器应根据盐 滴定液(0.01mol/L)的消耗

63 (ml)按表2 行分级, ~~检 结果应符合各品种 下的规定。~~

64 表2 玻璃容器内表 的耐水性分级(滴定法)

65

灌装体积 (ml)	每100ml浸提液消耗盐 滴定液 (0.01mol/L)的最大值 (ml)		
	HC1级或HC2级	HC3级	HCB级
≤1	2.0	20.0	4.0
>1~2	1.8	17.6	3.6
>2~3	1.6	16.1	3.2
>3~5	1.3	13.2	2.6
>5~10	1.0	10.2	2.0
>10~20	0.80	8.1	1.6
>20~50	0.60	6.1	1.2
>50~100	0.50	4.8	1.0
>100~200	0.40	3.8	0.80
>200~500	0.30	2.9	0.60
>500	0.20	2.2	0.40

66

67 注:HC1级 用于硼硅 盐玻璃制成的玻璃容器分级; HC2级 用于内表 经
 68 处理的玻璃容器分级。必要时 要 表 侵蚀 对内表 是否经 处理 行
 69 判断。表 侵蚀 方法:将 40%氢氟 溶液-2mol/L 盐 溶液(1:9)的混合溶液注入
 70 样至满口容 , 于室温放置 10分 , 然后小心地倒出 样中的溶液。用水冲洗
 71 样 3次,再用 用水冲洗 样 2次以上,然后按内表 耐水性测定法 行 。
 72 如果 结果 于原始内表 的 结果 5倍以上,则 为 些样品经 表 处理。
 73 (注意:氢氟 具有极强的腐蚀性,即使极少 也有可能导危及生命的伤害。)

草单位:中国 品药品检定研究 北京市药品包装材料检 所
 联系电 : 010-67095110

玻璃容器内表 耐水性测定法修 明

一、制修 的目的与意义

为了有效加强对药用玻璃材料和容器的 控制,保 药品 , 便于
 药品生产企业的使用。根据国家药典委员会构建药包材标准体系的要求,并
 结合本标准执行以来多方意见的反 , 对《中国药典》2020年版四 4006
 内表 耐水性测定法 行修 。

二、草 程

总结标准执行以来多方意见的反 , 并结合 GB/T4548-1995 、 ISO
 4802-1:2010 与 USP43 <660>对原标准中模糊、有争 的内容予以明确。

三、修 的总体思

1. 标准名称与编号修改为 4202 玻璃容器内表 耐水性测定法。
2. 参照 4024 玻璃容器容 测定法,满口容 及灌装体积的测定,可能会
 用到电子天平,因此仪器装置中增加了电子天平。仪器装置增加了移液管。
3. 参照 GB/T4548-1995 、 ISO 4802-1:2010 与 USP43 <660>,增加了不同
 玻璃包装容器灌装体积的测定。
4. 明确供 品的清洗 程的“水”为纯化水,“使容器完全晾干”修改
 为“使容器完全排干”。
5. 将“结果判定”修改为“判定分级”,其中对应药包材标准体系已无

各品种标准，因此删 了“检 结果应符合各品种 下的规定”的要求。

征求意见稿

附件 2-12: 玻璃三氧化二硼测定法征求意见稿

1 **40094203** **玻璃三氧化二硼测定法**

2 三氧化二硼是硼硅类药用玻璃的主要成分之一, 其含量可用于玻璃材料
3 的鉴别与分类。

4 本法适用于硼硅类药用玻璃三氧化二硼含量的测定。

5 测定原理 将玻璃粉碎研磨至粉末, 经碱熔融和酸反应后, 再用碳酸钙
6 使硼形成易溶于水的硼酸钙, 并与其他元素分离; 加入甘露醇使硼酸定量地
7 转变为醇硼酸, 用氢氧化钠滴定醇硼酸, 根据消耗氢氧化钠滴定液的浓度和
8 体积, 计算玻璃样品中所含的三氧化二硼的量。

9 供试品的制备 ~~取供试品(取不带印字部位; 若有污染, 清洗干净), 粉~~
10 ~~碎, 研磨至细粉~~取清洗干净的样品适量, 将不带印字部位粉碎后研磨至细粉
11 (颗粒度应小于 100 μm), 于 105~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干至少 1 小时, 置干燥器中冷却 1
12 小时或以上, 备用。制备的样品超过 24 小时需要重新烘干。

13 测定法 取上述玻璃细粉样品约 0.5g, 精密称定, 置铂坩埚中, 加入无水
14 碳酸钠 4g, 缓慢旋转坩埚, 使样品与无水碳酸钠充分混合, 盖上坩埚盖, 使
15 用火焰喷灯 5~15 分钟熔融或在 850~900 $^{\circ}\text{C}$ 约 15~30~~20~~分钟熔融; (或置手
16 ~~镍坩埚中, 加入氢氧化钠 4 g, 盖上坩埚盖, 置电炉上加热, 待熔化后, 摇动~~
17 ~~坩埚, 再熔融约 20 分钟。旋转坩埚, 使熔融物均匀地附着于坩埚内壁)~~或在
18 镍坩埚或银坩埚中加入氢氧化钠 4g, 加热至氢氧化钠熔融后冷却, 取上述玻
19 璃细粉样品约 0.5g, 精密称定, 置坩埚中盖上坩埚盖, 使用火焰喷灯熔融 5~
20 15 分钟或在 400~450 $^{\circ}\text{C}$ 约 15~30 分钟熔融, 放冷 (注: 不同种类的玻璃样
21 品熔化时间稍有不同)。用少量热水浸出熔块并转移至高型烧杯中, 加浓盐
22 酸 20 ml 分散熔块; 再用不超过 ~~155~~ ml 盐酸溶液 (1 \rightarrow 2) 分次清洗坩埚和盖,
23 洗液合并于烧杯中。待熔块完全分散溶解后用碳酸钙中和剩余的酸, 并加入
24 过量碳酸钙约 4g, 将烧杯放在水浴中蒸煮约 30 分钟后, 趁热用快速滤纸过滤,
25 用热水分次洗涤烧杯及沉淀, ~~总量不超过 150 ml,~~滤液中加乙二胺四乙酸二
26 钠约 1 g 少许 (约 0.3~0.5 g), 煮沸, ~~。~~取下冷却至室温, 加 0.2% 0.1% 甲基

27 红乙醇溶液 2 滴,用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液和 0.1 mol/L 盐酸溶液将溶液调成
28 中性(呈亮黄色),加 0.1%酚酞乙醇指示剂 1 ml 和甘露醇 2~3 g,用氢氧化
29 钠滴定液(0.1 mol/L)滴定至微红色,再次加入甘露醇约 1 g,轻摇,如微红
30 色褪去,再用氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)滴定至微红色,如此反复直至加入
31 甘露醇后微红色不褪为止,读取消耗的总氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)体积数。
32 取相同材质坩埚同法进行空白试验,并将滴定的结果进行空白校正。每 1 ml
33 氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)相当于 3.481 mg 的 B_2O_3 , 测定结果应保留两位
34 小数。

起草单位:中国食品药品检定研究院

联系电话:010-67095110

玻璃三氧化二硼测定法起草说明

一、制修订的目的意义

完善三氧化二硼测定法中试验细节,为药用玻璃中硼含量测定提供操作性强、标准化高的科学指导。

二、起草过程

对比现有玻璃中三氧化二硼含量测定法标准,联合多个药用玻璃生产厂家和药包材检验检测机构,针对《中国药典》2020年版四部通则 4009 三氧化二硼测定法中的操作细节(特别是熔样过程中温度、时间和坩埚选择等),进行了试验,完善了本测定法。

三、制修订的总体思路

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路,收集了《中国药典》2020年版四部通则 4009 三氧化二硼测定法在日常试验时存在的问题,为增加该检测方法的可操作性,设计试验,以完善本测定法。

附件 2-13: 药品包装用玻璃容器通用检测方法标准草案汇总表

序号	标准名称	《中国药典》2020 年版名称	YBB 标准名称
1	4003 玻璃容器内应力测定法	4003 玻璃内应力测定法	YBB00162003-2015 内应力测定法
2	4017 玻璃容器耐内压力测定法	/	YBB00172003-2015 耐内压力测定法
3	4018 玻璃安瓿折断力测定法	/	/
4	4019 玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法	/	YBB00182003-2015 热冲击和热冲击强度测定法
5	4020 玻璃容器垂直轴偏差和圆跳动测定法	/	YBB00192003-2015 垂直轴偏差测定法
6	4021 玻璃线热膨胀系数测定法	/	YBB00212003-2015 线热膨胀系数测定法
7	4022 玻璃平均线热膨胀系数测定法	/	YBB00202003-2015 平均线热膨胀系数测定法
8	4023 有色玻璃容器遮光性测定法	/	/
9	4024 玻璃容器容量测定法	/	/
10	4201 121℃玻璃颗粒耐水性测定法	4001 121℃玻璃颗粒耐水性测定法	YBB00252003-2015 玻璃颗粒在 121℃耐水性测定法和分级
11	4202 玻璃容器内表面耐水性测定法	4006 内表面耐水性测定法	YBB00242003-2015 121℃内表面耐水性测定法和分级
12	4203 玻璃三氧化二硼测定法	4009 三氧化二硼测定法	YBB00232003-2015 三氧化二硼测定法

附件3

药品包装用玻璃容器_____（通则、通用检测方法）反馈意见表

标准编号	行号	原文	建议修改为	说明	反馈意见单位及联系电话

备注：请一个意见填写一行，并在“行号”栏标注首行编号。