

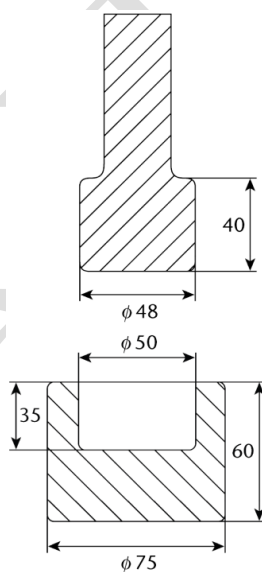
附件：121℃玻璃颗粒耐水性测定法公示稿（第三次）

1 4201 121℃玻璃颗粒耐水性测定法

2 121℃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
3 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
4 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。

5 为保证测定结果的准确性，可使用玻璃颗粒耐水性测定用对照物质（国家药品
6 标准物质）作为随行参考物质。

7 **仪器装置** 压力蒸汽灭菌器、电子天平、滴定管、锥形瓶、烧杯（注：**锥形瓶**
8 **和烧杯**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
9 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
10 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、
11 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 $425 \mu\text{m}$
12 ；B筛：孔径 $300 \mu\text{m}$ ；O筛：孔径 $600 \sim 1000 \mu\text{m}$ ）。



13 单位：mm

14 图 碾钵和杵

15 试验用水应符合下列要求：

16 (1) 试验用水电导率在 $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 时，不得超过 0.1 mS/m 。

18 (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,以去除二氧化碳
19 等溶解性气体。

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

23 **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,用锤子猛击
24 杵,只准击一次,将碾钵中的玻璃转移到套筛上层的O筛上,重复上述操作过程。
25 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B筛上的玻璃颗粒
26 转移到称量瓶内,玻璃颗粒以多于10 g为准。共制备玻璃颗粒3份。

27 用永久磁铁将每份玻璃颗粒中的铁屑除去,移入250 ml锥形瓶中,用无水乙醇
28 或丙酮旋动洗涤玻璃颗粒至少6次,每次30 ml,至无水乙醇或丙酮清澈为止。每次
29 洗涤后尽可能完全地倾去锥形瓶内的无水乙醇或丙酮。然后将装有玻璃颗粒的锥形
30 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水乙醇,转入烘箱中在
31 140℃保持20分钟烘干,取出,置干燥器中冷却。贮存时间不得过24小时。

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

41 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(0.02 mol/L)
42 滴定至产生的颜色与空白试验一致。

43 **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(0.02
44 mol/L)的体积(ml)表示。

45 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给出的容许范
46 围，则应重新试验。

47 表1 测得值的容许范围

每克玻璃颗粒耗用0.02 mol/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%

48 **判定分级** 玻璃颗粒的耐水性应根据盐酸滴定液 (0.02 mol/L) 的消耗量 (ml)
49 按表2进行分级。

50 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 (0.02 mol/L) 的体积 (ml)
1级	≤0.10
2级	>0.10~0.85

51

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、北京市药品包装材料检验所、上海医药工业研究院
药品包装材料科研检验中心、四川省药品检验研究院、浙江省食品药品检验研究院、
双峰格雷斯海姆医药玻璃（丹阳）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、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

4201 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、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，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，参考GB/T 12416.2-1990 玻璃颗粒在121℃耐水性的试验方法，ISO 720-2020 Glass Hydrolytic resistance of glass grains at 121 degrees C Method of test and classification、USP 43 <660> CONTAINERS—GLASS Surface Glass Test、EP 3.2.1 GLASS CONTAINERS FOR HARMACEUTICAL USE 等标准对原标准中部分内容予以修订。

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. 标准编号修改为4201。
3. 仪器装置增加了电子天平。
4. 试验用水，增加了该水可用于做空白试验的说明。
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，因此删除了“检验结果应符合各品种项下的规定”的要求。
6. 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。