

附件：玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法公示稿（第三次）

1 4019 玻璃容器热冲击和热冲击强度测定法

2 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
3 冷水浴的温度（下限温度 t_2 ）之间的差。

4 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。

5 本法适用于测定药品包装用玻璃容器的热冲击及热冲击强度。

6 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。

7 第一法 冷热水槽法

8 本法适用于试验温差低于 100°C 的各类药品包装用玻璃容器。

9 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
10 5L。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
11 在上限温度 $t_1 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 以内。

12 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、
13 温度控制组件、恒温控制器，以保持水温稳定在下限温度 $t_2 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 以内。

14 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
15 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供试品浸入
16 时上浮。

17 测定法

18 （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
19 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
20 度一致。

21 （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 50
22 mm，然后分别将水温调节到 t_1 和 t_2 ，一般 t_2 的水温为 $0 \sim 27^{\circ}\text{C}$ ，所选定的 t_1 应能得
23 出所需要的热冲击温差 $t_1 - t_2$ ($^{\circ}\text{C}$)。在把已置于网篮中的供试品从热水槽转送到冷水
24 槽的时间内， t_1 和 t_2 的温差值不得超过规定值的 $\pm 1^{\circ}\text{C}$

25 （3）先将供试品置于网篮中，使他们直立且分离，然后浸入温度为 t_1 的热水槽
26 中，使供试品充满水并使其瓶口顶部低于水面至少 50 mm，让其至少浸泡 5 分钟，

27 以确保供试品和水之间达到温度平衡。

28 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，如果要确保供
29 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。

30 (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，供试品
31 的转送过程必须在 10 秒 \pm 2 秒的时间内完成。

32 (5) 供试品必须完全浸没在水槽中，保持 30 秒，然后将装有供试品的网篮从冷
33 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、无裂纹和无破损的供试
34 品方可判定为合格品。

35 检验中没有破损的供试品不可再用于其他试验。若热水槽温度已升到 95 $^{\circ}\text{C}$ ，而
36 试验尚未结束，则可通过降低冷水槽的温度继续进行。

37 第二法 烘箱法

38 本法适用于试验温差为 80 $^{\circ}\text{C}$ 或高于 80 $^{\circ}\text{C}$ 的各类药品包装用玻璃容器。

39 仪器装置 烘箱：温度至少可达 300 $^{\circ}\text{C}$ ，并装备空气搅拌器或循环器，以保证
40 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 $^{\circ}\text{C}$ 能保持温度波动在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$
41 以内，在 180 \sim 300 $^{\circ}\text{C}$ 能保持温度波动在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 以内。

42 冷水槽：与第一法所要求的冷水槽相同。

43 网篮：与第一法所要求的网篮相同。

44 夹钳：用隔热材料包头，使用时应保持干燥。

45 测定法

46 (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，试验前应
47 先将供试品置于预热到上限温度 t_1 的烘箱中，然后将供试品在该温度下保持至少 30
48 分钟，以保证供试品与烘箱温度达到平衡。

49 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，如果要确保供
50 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。

51 (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两个以
52 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半（如果是带
53 颈的瓶，就是指不算瓶颈部总高度的一半），（或连同网篮）完全浸没在浸入冷水槽
54 中，保持 30 秒，冷水槽应靠近烘箱，并保持在 0 \sim 27 $^{\circ}\text{C}$ 的下限温度 t_2 。烘箱与冷水

55 槽的温差值和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
56 送过程须在 5 秒 ± 1 秒的时间内完成。

57 转送过程是指从打开烘箱开始，到供试品浸没入冷水中为止。

58 (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品方
59 可判定为合格。

60 检验中没有破损的供试品不可再用于其他试验。

61 结果判定

62 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于规定
63 数，则判定为合格。

64 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验，以
65 供试品有 50%破裂时的温差表示，温差满足规定要求，则判定为合格。其温差值可
66 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。

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、上海医药工业研究院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、山西省检验检测中心、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，供试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、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。

三、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30秒,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。

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。