

## 附件：玻璃平均线热膨胀系数测定法公示稿（第三次）

1

## 4022 玻璃平均线热膨胀系数测定法

2

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。本法适用于药品包装用玻璃平均线热膨胀系数的测定。

3

## 测定原理

4

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：

5

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

6

式中： $t_0$  为初始温度或基准温度，℃；

7

$t$  为供试品加热后的温度，℃；

8

$L_0$  为试验时玻璃供试品在温度  $t_0$  时的长度，mm；

9

$L$  为供试品在温度  $t$  时的长度，mm。

10

药品包装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℃，供试品终点温度  $t$  是 300℃，也可表示为  $a(20^\circ\text{C}; 300^\circ\text{C})$ 。

11

## 仪器装置

12

（1）测量装置（如卡尺），精度为 0.1%。

13

（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 1.0 N。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。

14

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。

15

（3）加热炉

16

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 0.5 mm 以内的重现性。

17

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℃并至少为 300℃），炉温应能恒定在  $\pm 1^\circ\text{C}$  之内。炉温控制装置应符合升降速率为  $5^\circ\text{C}/\text{min} \pm 1^\circ\text{C}$

18

27 /min 控制要求。在  $t_0$  和  $t$  温度范围内，能准确测定供试品的温度，误差应在  $\pm 1^\circ\text{C}$  之  
28 内。

29 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对照  
30 物质（国家药品标准物质）进行校准仪器。

31 **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的方法  
32 制成仪器所需的形状和尺寸（如供试品可以是直径为 5~6 mm，长度为 18~100 mm  
33 的圆棒，或满足仪器要求的其他形状尺寸），长度  $L_0$  至少应为膨胀仪测长装置的分  
34 辨率的  $5 \times 10^4$  倍。

35 **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  $30^\circ\text{C}$ ，然后以  $2^\circ\text{C}$   
36 /min 的速率将供试品冷至比转变温度低大约  $150^\circ\text{C}$ ，在无通风的条件下将供试品进  
37 一步冷却至室温。

## 38 测定法

### 39 (1) 试验温度范围的选择

40 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  $290^\circ\text{C}$   
41  $\leq t \leq 310^\circ\text{C}$ 。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计算中应使  
42 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。对于用标称温度表示  
43 的给定系数  $a$  ( $20^\circ\text{C}$ ； $300^\circ\text{C}$ )，只要所选的实际温度在规定的限度内，系数所受影  
44 响可以小到忽略不计。

### 45 (2) 基准长度的测定

46 在基准温度  $t_0$  时，测定退过火的供试品的基准长度  $L_0$ ，然后放供试品在膨胀仪  
47 内，稳定 5 min 以上。

### 48 (3) 试验方法一：升温试验

49 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正的  
50 长度变化量  $\Delta L_{\text{meas}}$  的零点，然后将加热炉按照所需的加热程序开始升温。记录温度  
51  $t$  和相应的长度变化量  $\Delta L_{\text{meas}}$  直到达到所需要的终点温度。除另有规定外，升温速  
52 率应不超过  $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

### 53 (4) 试验方法二：恒温试验

54 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正的

55 长度变化量  $\Delta L_{meas}$  的零点，然后加热使炉温达到所选择的终点温度  $t$ ，并保持炉温  
56 恒定到  $t \pm 1^\circ\text{C}$ ，20 min 后从膨胀仪上读取  $\Delta L_{meas}$  的值。

57 **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  $a(t_0; t)$ ，如果只要  
58 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好的精度。

### 59 结果计算和表示

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

60 式中  $a(t_0; t)$  为供试品的平均线热膨胀系数

61  $t_0$  为初始温度或基准温度， $^\circ\text{C}$ ；

62  $t$  为供试品加热后的温度， $^\circ\text{C}$ ；

63  $L_0$  为试验时玻璃供试品在温度  $t_0$  时的长度，mm；

64  $\Delta L_{meas}$  为供试品在温度  $t$  时修正后的长度变化量，mm。

65 **注：**由于承载供试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  
66 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供的方  
67 法进行修正。

68 计算两个供试品的  $a(t_0; t)$ ，一般  $t_0$  为  $20^\circ\text{C}$ ， $t$  为  $300^\circ\text{C}$ ， $a$  表示为  $(20^\circ\text{C}; 300^\circ\text{C})$   
69 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  $a(20^\circ\text{C}; 300^\circ\text{C}) \geq 10 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$   
70 取三位有效数字。

71 如果两个供试品的测定结果偏差不大于  $0.2 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ，取算术平均值。否则，须  
72 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、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  
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、浙江省食品药  
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、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。

### 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，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 5 mm，

长度为 25~100 mm 的圆棒，也可以是截面为 5 mm×5 mm、长度为 25~100 mm 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。

国家药典