

## 附件：玻璃容器内应力测定法公示稿（第三次）

1 **4003 玻璃容器内应力测定法**

2 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  
3 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  
4 残存在物体内部的应力（也称永久应力）。它是由于材料内部宏观或微观的组织发  
5 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  
6 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。退火是消  
7 除或减少玻璃容器内应力的工艺过程，内应力的测定主要用于药品包装用玻璃容器  
8 退火质量的控制。

9 **测定原理** 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  
10 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  
11 位厚度光程差数值 $\delta$ 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  
12 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  
13 样和四分之一波片后，其振动方向将旋转一个角度 $\theta$ ，角度 $\theta$ 的数值（单位为度）与  
14 被测试样的双折射光程差 $T$ 成正比，其关系式 $T=565\theta/180=3.14\theta$ ，因此当被测玻璃样  
15 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  
16 光程差 $T$ 。

17 **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  
18 察时，光场边沿的亮度不小于 $120\text{ cd/m}^2$ ，所采用的偏振光元件应保证亮场时任何一  
19 点偏振度都不小于99%；偏振场不小于85 mm；在起偏镜和检偏镜之间能分别置入  
20 565 nm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  
21  $90^\circ$ ；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  
22 度的测量装置。

23 **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  
24 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。

## 25 1.无色供试品的测定

26 无色供试品底部的检验：将四分之一波片置入视场，调整偏光应力仪零点，使  
27 之呈暗视场。把供试品放入视场，从口部观察底部，这时视场中会出现暗十字，如  
28 果供试品应力小，则这个暗十字便会模糊不清。旋转检偏镜，使暗十字分离成两个  
29 沿相反方向移动的圆弧，随着暗区的外移，在圆弧的凹侧出现蓝灰色，凸侧出现褐  
30 色。如测定某选定点的应力值，则旋转检偏镜直至该点蓝灰色刚好被褐色取代为止。  
31 绕轴线旋转供试品，找出最大应力点，旋转检偏镜，直至蓝灰色被褐色取代，记录  
32 此时的检偏镜旋转角度或双折射光程差，并测量该点的厚度。

33 无色供试品侧壁的检验：将四分之一波片置入视场，调整偏光应力仪零点，使  
34 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°，这时侧壁上  
35 出现亮暗不同的区域。旋转检偏镜直至侧壁上暗区聚汇，刚好完全取代亮区为止。  
36 绕轴线旋转供试品，借以确定最大应力区。记录测得最大应力区的检偏镜旋转角度  
37 或双折射光程差，并分别测量两侧壁的厚度（记录两侧壁壁厚之和）。

## 38 2.有色供试品的测定

39 检验步骤与无色供试品测定相同。当没有明显的蓝灰色和褐色以及玻璃透过率  
40 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准确的终点。  
41 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转角度（或双折射光  
42 程差）之和的平均值表示。

## 43 结果计算

$$44 \quad \delta = T/t = 3.14\theta/t$$

45 式中  $\delta$ 为单位厚度的光程差，nm/mm；（用于表征内应力的大小）

46  $T$ 为供试品被测部位的光程差，nm；

47  $t$ 为供试品被测部位通光处的总厚度，mm；

48  $\theta$ 为检偏镜旋转角度（在测得最大应力时）；

49 3.14为采用白光光源（有效波长约为565 nm）时的常数，检偏镜每旋转1°约  
50 相当于光程差3.14 nm。

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

### 玻璃容器内应力测定法修订说明

#### 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，并结合本标准执行以来多方意见的反馈，对《中国药典》2020年版四部 4003 玻璃内应力测定法进行修订。

#### 二、需重点说明的问题

1. 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”。

2. 基于目前有些应力仪能直接读出双折射光程差，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双折射光程差”。