



团 体 标 准

T/ZZB XXXX—2021
代替 T/ZZB XXXX—XXXX

色谱用自动进样瓶

Autosampler bottle for chromatography

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

浙江省品牌建设联合会 发布

目 次

前 言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 分类.....	1
5 基本要求.....	1
6 技术要求.....	2
7 试验方法.....	3
8 检验规则.....	5
9 标志、包装、运输和贮存.....	7
10 质量承诺.....	7
附录 A（规范性附录）.....	8

前 言

本文件依据GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由浙江省品牌建设联合会提出并归口管理。

本文件由衢州市质量技术监督检测中心牵头组织制定。

本文件主要起草单位：浙江爱吉仁科技股份有限公司。

本文件参与起草单位：衢州市质量技术监督检测中心、衢州学院、浙江环资检测集团有限公司。

本文件主要起草人：缪翔、董云渊、季金涓、吕亮、洪峰、姜恒、邵飞、王丽英、刘明。

本文件评审专家组长：XXX。

本文件由衢州市质量技术监督检测中心负责解释。

色谱用自动进样瓶

1 范围

本文件规定了色谱用自动进样瓶的术语和定义、分类、基本要求、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存及质量承诺。

本文件适用于由硼硅酸玻璃瓶、开孔塑料盖、复合垫片组成的可以用于色谱分析的自动进样瓶（以下简称进样瓶）。

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文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分：按接收质量限(AQL)检索的逐批检验抽样计划

GB 50591-2010 洁净室施工及验收规范

YBB 00092003-2015 水蒸气透过量测定法

YBB 00222004-2015 口服制剂用硅橡胶胶塞、垫片

YBB 00292005-2-2015 中硼硅玻璃管制注射剂瓶

YBB 00302002-2015 低硼硅玻璃管制注射剂瓶

YBB 00322004-2015 注射剂用胶塞、垫片穿刺力测定法

《中华人民共和国药典》2020年版

3 术语和定义

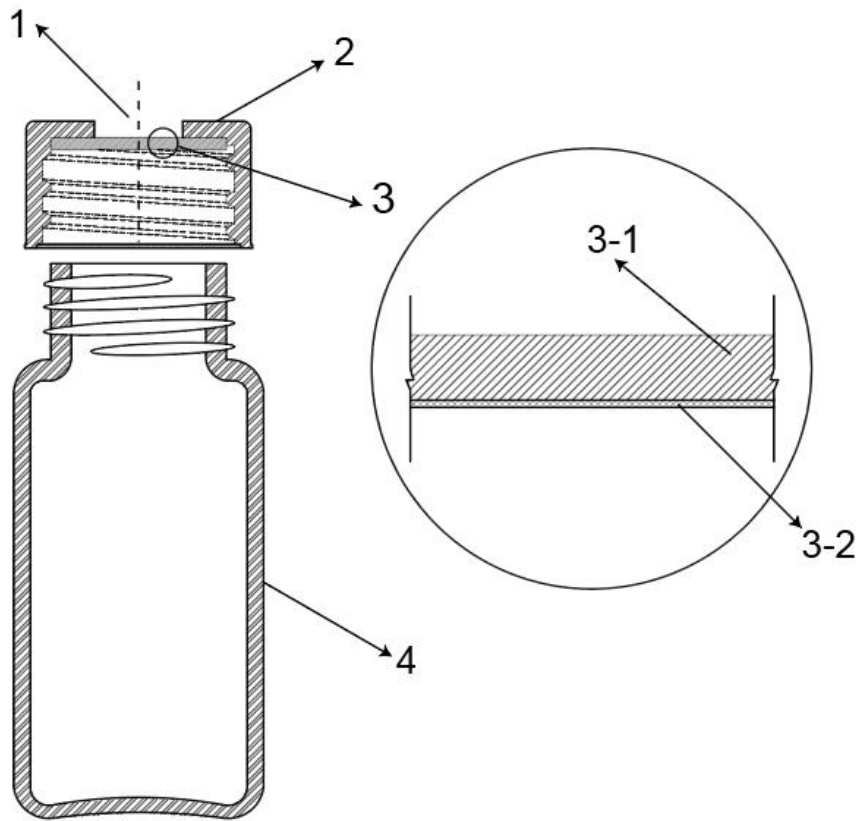
本文件没有需要界定的术语和定义。

4 结构与分类

4.1 进样瓶由硼硅酸玻璃瓶、开孔塑料盖、硅橡胶复合特氟龙垫片组成。

4.2 进样瓶的结构型式见图1。

图1 进样瓶结构示意图



标引序号说明：

- | | | | |
|-------------|--------------------------|---------|-----------|
| 1——色谱穿刺抽样用孔 | 2——塑料盖 | 3——复合垫片 | 4——硼硅酸玻璃瓶 |
| 3-1——垫片硅橡胶层 | 3-2——垫片特氟龙层（朝向瓶内，作用为防腐蚀） | | |

5 基本要求

5.1 设计研发

采用计算机辅助设计软件，对产品及产品生产工艺参数进行优化设计。

5.2 原材料

硼硅酸玻璃瓶应符合 YBB 00302002-2015、YBB 00292005-2-2015 的要求。

5.3 工艺与装备

5.3.1 生产车间洁净程度应达到 GB 50591-2010 中 8 级及以上。

5.3.2 采用自动化设备对塑料瓶盖、硅橡胶复合垫片进行生产和在线监控。

5.4 检测能力

配备总有机碳分析仪、万能试验机、恒温恒湿箱等设备开展总有机碳残留、穿刺力、垫片脱落力、密封性等项目检测。

6 技术要求

6.1 外观要求

6.1.1 玻璃瓶在自然光线明亮处，正视目测，应为无色透明或棕色透明，表面应光洁、平整，不应有明显的玻璃缺陷，任何部位不得有裂纹、破损。

6.1.2 塑料瓶盖外形完整，不应有伤痕、割裂、气泡、异物、毛刺。

6.1.3 垫片外形完整，表面纹路应自然，不应有毛刺、杂质、划痕、泡状突起。

6.2 印刷要求

6.2.1 同批产品油墨颜色应统一。

6.2.2 印刷区域油墨应饱满，不应有模糊、边缘水纹等。

6.2.3 1.5mm×1.5mm的印刷区域内，丢点数应不超过2个。

6.2.4 两个玻璃瓶印刷区域相对进行摩擦，油墨不应脱落。

6.3 物理性能

色谱用自动进样瓶物理性能应满足表1的要求。

表1 物理性能

项目		指标
密封性能/%	穿刺前	≤0.5
	穿刺后	≤0.9
穿刺力/N		≤5
垫片脱落力/N		≥20

6.4 化学性能

色谱用自动进样瓶化学性能应满足表3的要求。

表2 化学性能

项目		指标
耐化学性	有机溶剂（四氢呋喃）	瓶盖应无变形，溶液应无泄露，瓶内溶液应无变化
	碱（氢氧化钠）	
	酸（盐酸）	
TOC含量/(mg/L)		≤0.3
电导率/(μ S/cm)		≤2.0
硅氧烷高温迁移量 ^a /(mg/kg)		≤30
易挥发物含量 ^a /%		≤1.5

^a 仅考核垫片。

7 试验方法

7.1 样品处理

样品在检测前应在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，湿度 $(65 \pm 15)\%$ 的实验室环境下，存放24小时以上。试验中需进行拧紧操作的进样瓶，需将盖垫拧至垫片平整略微下凹状态。

7.2 外观要求

目测。

7.3 印刷要求

目测及手动操作。

7.4 物理性能

7.4.1 密封性能

7.4.1.1 穿刺前

玻璃瓶中注入额定容量50%水后，取规格一致的塑料盖垫组装密封，参照YBB 00092003-2015《水蒸汽透过量测定法》中第三法重量法（1）适用于口服、外用液体瓶B试验条件描述的方法进行测定，放置天数由要求规定的14天改为48h，以水分损失百分率来表示。

7.4.1.2 穿刺后

取规格一致的盖垫在玻璃瓶上拧紧，手动用23G针尖刃口角度 $11^\circ \pm 2^\circ$ 针头在盖垫处穿刺5次后，玻璃瓶中注入额定容量50%水后，取规格一致的塑料盖垫组装密封，参照YBB 00092003-2015《水蒸汽透过量测定法》中第三法重量法（1）适用于口服、外用液体瓶B试验条件描述的方法进行测定，放置天数由要求规定的14天改为10天，以水分损失百分率来表示。

7.4.2 穿刺力

按YBB 00322004-2015第二法中注射剂瓶中所描述的方法进行测定，垫片无需进行预处理，用23G尖刃口角度 $11^\circ \pm 2^\circ$ 针头进行穿刺，记录刺透胶塞所施加的最大力值，垫片掉落为不合格。

7.4.3 垫片脱落力

按YBB 00322004-2015第二法中注射剂瓶中所描述的方法进行测定，垫片无需进行预处理，用11G针尖刃口角度 $90^\circ \pm 2^\circ$ 针头进行穿刺，记录垫片脱落时的数值为垫片脱落力，垫片被穿透记录为合格。

7.5 化学性能

7.5.1 耐化学性

7.5.1.1 有机溶剂

玻璃瓶中分别注入额定容量50%的化学纯级四氢呋喃，取规格一致的瓶盖与垫片组装密封，在实验室环境下倒置48h，目测其状态。

7.5.1.2 碱

玻璃瓶中分别注入额定容量50%的30%质量浓度的氢氧化钠，取规格一致的瓶盖与垫片组装密封，在实验室环境下倒置48h，目测其状态。

7.5.1.3 酸

玻璃瓶中分别注入额定容量50%的30%质量浓度的盐酸，取规格一致的瓶盖与垫片组装密封，在实验室环境下倒置48h，目测其状态。

7.5.2 TOC 含量

按《中华人民共和国药典》2020年版中 0682 中所描述的方法进行测定，将总有机碳检查用水用磷酸调节 pH 值至 3-4 作为供试溶液，将玻璃瓶中加满供试溶液，取与玻璃瓶规格一致的盖垫与玻璃瓶组装密封后摇晃 5min，在实验室环境下倒置放置 48h，收集玻璃瓶中的水样进行测试（如水样量不够，可合并同批次多个进样瓶套件中的水样待检），按下式计算 TOC 变化值：

$$r = r_1 - r_0 \quad (1)$$

式中：

r ——进样瓶套件总有机碳含量，单位毫克/升（mg/L）；

r_0 ——去离子水总有机碳含量测定值，单位毫克/升（mg/L）；

r_1 ——进样瓶放置 48 小时后总有机碳含量，单位毫克/升（mg/L）。

7.5.3 电导率

按《中华人民共和国药典》2020年版中 0681 中所描述的方法进行测定，在玻璃瓶中加满超纯水，不留顶空并避光保存，取与玻璃瓶规格一致的盖垫与玻璃瓶组装密封后摇晃 5min，在实验室环境下放置 48h，收集玻璃瓶中的水样进行测试（如水样量不够，可合并同批次多个进样瓶套件中的水样待检），按下式计算电导率变化值：

$$\sigma = \sigma_1 - \sigma_0 \quad (2)$$

式中：

σ ——进样瓶套件电导率值，单位微西门子每厘米（ $\mu\text{S}/\text{cm}$ ）；

σ_0 ——去离子水电导率值，单位微西门子每厘米（ $\mu\text{S}/\text{cm}$ ）；

σ_1 ——在进样瓶套件中放置48h后电导率值，单位微西门子每厘米（ $\mu\text{S}/\text{cm}$ ）。

7.5.4 硅氧烷高温迁移量

按附录A的规定进行。

7.5.5 易挥发物含量

按YBB 00222004-2015中挥发性物质中所描述的方法进行。

8 检验规则

8.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验。检验项目应满足表3的要求。

表 3 检验项目

序号	检验项目	型式检验	出厂检验	技术要求	试验方法	
1	外观要求	√	√	6.1	7.2	
2	印刷要求	√	√	6.2	7.3	
3	物理性能	穿刺前密封性能	√	√	6.3	7.4.1
4		穿刺后密封性能	√	√	6.3	7.4.2
5		穿刺力	√	√	6.3	7.4.3
6		垫片脱落力	√	√	6.3	7.4.4
7	化学性能	耐化学性	√	√	6.4	7.5.1
8		TOC含量	√	√	6.4	7.5.2
9		电导率	√	√	6.4	7.5.3
10		硅氧烷高温迁移量	√	×	6.4	7.5.4
11		易挥发物含量	√	√	6.4	7.5.5

注：“√”为必检项目、“×”为不需检验项目。

8.2 出厂检验

8.2.1 组批

以相同原材料、相同配方、相同工艺、相同规格型号为一个检验组批，组批数量不超过 50 万套。

8.2.2 抽样规则与判定规则

8.2.2.1 色谱用进样瓶套件出厂检验按 GB/T 2828.1 的规定进行。

8.2.2.2 色谱用进样瓶套件抽样数量及判定规则应满足表 4 的要求。

表 4 抽样数量及判定原则

序号	检验项目	检验水平	接受质量限 (AQL)
1	外观要求	II	1.0
2	印刷要求	II	1.0
3	物理性能	穿刺前密封性能	S-4
4		穿刺后密封性能	S-2
5		穿刺力	S-2
6		垫片脱落力	S-2
7	化学性能	耐化学性	S-2
8		TOC含量	S-1
9		电导率	S-1
10		硅氧烷高温迁移量	×
11		易挥发物含量	S-1

8.3 型式检验

8.3.1 检验规则

正常生产时，每年至少进行一次型式检验，当有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定；
- b) 正式生产后，原材料，工艺有较大的改变，可能影响产品性能时；
- c) 产品长期停产后，恢复生产时；
- d) 出厂结果与上次型式检验有较大差异时；
- e) 国家各级质量监督机构提出进行型式检验要求时。

8.3.2 抽样规则与判定规则

8.3.2.1 从产品出厂检验合格的检验批中，随机抽取两盒，每盒一百套。

8.3.2.2 取其中一盒抽检产品的全部项目符合要求的，则判定该组产品型式检验合格；若有不合格项，用留样复检所有不合格项目，复检项目全部合格时，判定该型式试验为合格；仍出现不合格时，则判定该型式试验为不合格。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

9.1.1 每件产品应附合格证或标签，注明产品名称、规格数量、制造日期、检验包装者姓名或代号。

9.1.2 纸箱外包装上应有“易碎品，小心轻放”等字样。

9.2 包装

9.2.1 玻璃瓶采用塑料盒、热收缩膜密封包装；盖垫产品采用塑料盒、塑料袋或镀铝膜袋密封包装。

9.2.2 纸箱材料采用五层双瓦楞开槽型纸箱。

9.3 运输

运输中必须防止剧烈震动，装卸时应轻拿轻放。

9.4 贮存

储存场所应清洁、干燥、安全。

10 质量承诺

10.1 产品自出厂之日起，产品质保期 12 个月。

10.2 在正常的运输、贮存和使用条件下，产品在质保期内出现因材料或制造工艺而导致无法正常使用的，企业应提供免费更换服务。

附 录 A
(规范性附录)
硅氧烷高温迁移量实验方法

A.1 试验仪器

采用氢离子检测型气相色谱仪带顶空自动进样装置进行试验。

A.2 试验条件

使用氮气作载气，进样口温度:280℃；程序升温方法:50℃(2min),30℃/min升到280℃保持2min,检测器温度280℃；色谱柱:HP-5(30m×0.32mm×0.25 μm)石英毛细管柱或者相当。

A.3 试验步骤

A.3.1 标准物质样品的配制

A.3.1.1 标准品种类

选取纯度≥95%的六甲基环三硅氧烷(D3)、八甲基环四硅氧烷(D4)、十甲基环五硅氧烷(D5)和十二甲基环六硅氧烷(D6)作为标准品。

A.3.1.2 标准品配备

称取A.3.1.1中规定的标准品100mg置于100mL的容量瓶中，用正己烷定容至刻度，混匀配置成1000mg/L的储备液，置于4℃的恒温柜中避光保存。分别取0.5μl、1μl、2μl、3μl、4μl样品，分别换算成各标准物质的质量。

A.3.2 绘制标准曲线

将混合标样分别注入20 mL顶空瓶中，(80±2)℃恒温30 min后，取1 mL瓶中气体，注入色谱中测定。以其出峰面积分别与对应的物质质量绘出标准曲线。

A.3.3 硅氧烷高温迁移量的测定

取5片待测样品瓶垫约0.35g，加入顶空瓶中，(80±2)℃恒温30 min后，取1 mL瓶中气体，注入色谱中测定。根据样品出峰面积在标准曲线上查出对应量，硅氧烷高温迁移量为D3、D4、D5、D6含量之和。