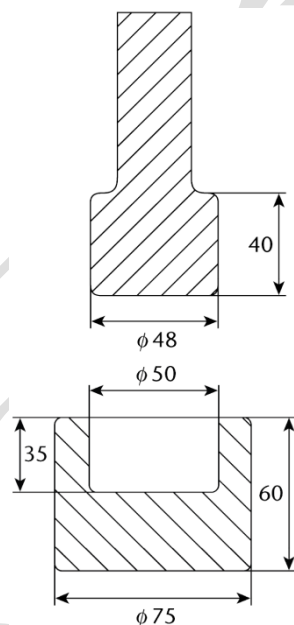


121℃玻璃颗粒耐水性测定法

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。

仪器装置 压力蒸汽灭菌器、锥形瓶、烧杯（注：玻璃容器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件反复处理，直到水对甲基红钠溶液呈中性后方可使用）、烘箱、锤子、由淬火钢制成的碾钵和杵（如图）、永久磁铁、一套不锈钢筛网（含有 A 筛：孔径 $425 \mu\text{m}$ 、B 筛：孔径 $300 \mu\text{m}$ 、O 筛：孔径 $600 \sim 1000 \mu\text{m}$ ）。



单位：mm

图 碾钵和杵

试验用水应符合下列要求：

(1) 试验用水不得含有重金属（特别是铜），必要时可用双硫腭极限试验法检验，其电导率在 $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 时，不得超过 0.1mS/m 。

(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，以去除二氧化碳之类的溶解气体。

(3) 试验用水对甲基红钠溶液应呈中性，即在 50ml 水中加入甲基红钠溶液（甲基红钠 0.025g，加水溶解并稀释至 100ml）4 滴，水的颜色变为橙红色（ $\text{pH}5.4 \sim 5.6$ ）。该水可用于做空白试验。

供试品的制备 将供试品击打成碎块，取适量放入碾钵中，插入杵，用锤子猛击杵，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。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筛上的玻璃颗粒转移到称量瓶内，玻璃颗粒以多于10g为准。共制备玻璃颗粒3份。

用磁铁将每份玻璃颗粒中的铁屑除去，移入250ml锥形瓶中，用无水乙醇或丙酮旋动洗涤玻璃颗粒至少6次，每次30ml，至无水乙醇或丙酮清澈为止。每次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瓶放在电热板上加热，除去残留的丙酮或无水乙醇，再转入烘箱中在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。

测定法 分别取上述玻璃颗粒10.00g，精密称定，置250ml锥形瓶中，精密加入试验用水50ml。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。将锥形瓶放入压力蒸汽灭菌器，打开排气阀，匀速加热，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℃，到达该温度时开始计时。在121℃保持30分钟±1分钟后，缓缓冷却和减压，在40~44分钟内将温度降至100℃（防止形成真空）。当温度低于95℃以下时，从压力蒸汽灭菌器中取出，冷却至室温。同法制备空白溶液。在1小时内完成滴定。

在每个锥形瓶中加入甲基红钠溶液4滴，用盐酸滴定液（0.02mol/L）滴定至产生的颜色与空白试验一致，并用空白溶液校正。

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（0.02mol/L）的体积（ml）表示。

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给出的容许范围，则应重新试验。

表1 测得值的容许范围

每克玻璃颗粒耗用0.02mol/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%

结果判定 玻璃颗粒的耐水性应根据盐酸滴定液（0.02mol/L）的消耗量（ml）按表2进行分级，检验结果应符合各品种项下的规定。

表2 玻璃颗粒试验的耐水性分级

玻璃耐水级别	每1g玻璃颗粒耗用盐酸滴定液（0.02mol/L）的体积（ml）
1级	≤0.10
2级	>0.10~0.85
3级	>0.85~1.50

起草单位：中国食品药品检定研究院

电话：010-67095721

复核单位：江西省药品检验检测研究院

国家药品监督管理局