

内表面耐水性测定法

内表面耐水性是玻璃容器内表面耐受水浸蚀能力的一种表示方法。内表面耐水性测定法是将试验用水注入供试容器到规定的容量，并在规定的条件下加热，通过滴定浸蚀液来测量玻璃容器内表面受水浸蚀的程度。

仪器装置 压力蒸汽灭菌器、滴定管、烧杯、烧瓶（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，然后按测定法中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）。

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），必要时可用双硫脲极限试验法检验，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 供试品的数量取决于容器的容量、一次滴定所需浸提液的体积和所需的滴定结果的次数，可按表 1 计算。

表 1 用滴定法测定耐水性时所需容器的数量

灌装体积 (ml)	一次滴定所需容器的最少 数量 (个)	一次滴定所需浸提液的 体积 (ml)	滴定次数
≤ 3	10	25.0	1
$> 3 \sim 30$	5	50.0	2
$> 30 \sim 100$	3	100.0	2
> 100	1	100.0	3

试品的清洗过程应在 20~25 分钟内完成，清除其中的碎屑或污物。在环境温度下用水彻底清洗每个容器至少 2 次，灌满水以备用。临用前倒空容器，再依次用水和试验用水各冲洗 1 次，然后使容器完全排干。

测定法

取清洗干净后的供试品，加试验用水至其满口容量（容量大于 100ml 的容器为其 3 个样品满口容量的平均值，容量 100ml 以下的容器为其 6 个样品满口容量的平均值，计算精确到一位小数）的 90%，对于安瓿等容量较小的容器，则灌装水至瓶身缩肩部（其灌装体

积为测定至少 6 个样品的平均值，计算精确到一位小数），用倒置的烧杯（经过老化处理的）或其它适宜的材料盖住口部。将供试品放入压力蒸汽灭菌器中，开放排气阀，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 60 分钟 \pm 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，从压力灭菌器中取出供试品，冷却至室温。在 1 小时内完成滴定。

按表 1 规定，对灌装体积小于等于 100ml 的玻璃容器，将若干个容器中的浸提液合并于一个干燥的烧杯中，用移液管吸取浸提液至锥形瓶中，同法制备相应的份数。

按表 1 规定，对灌装体积大于 100ml 的玻璃容器，用移液管吸取容器中的 100ml 浸提液至锥形瓶中，同法制备 3 份。

以水作为空白溶液，在相应条件下进行空白校正。

每份浸提液，以每 25ml 为单位，加入甲基红钠溶液 2 滴。用盐酸滴定液（0.01mol/L）滴定至产生的颜色与空白试验一致，并用空白试验校正。

结果表示 计算滴定结果的平均值，以每 100ml 浸提液消耗盐酸滴定液（0.01mol/L）的体积（ml）表示。小于 1.0ml 的滴定值应表示到二位小数，大于或等于 1.0ml 的滴定值应表示到 1 位小数。

结果判定 玻璃容器应根据盐酸滴定液（0.01mol/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 玻璃容器内表面试验的耐水性分级（滴定法）

灌装体积（ml）	每 100ml 浸提液消耗盐酸滴定液（0.01mol/L）的最大值（ml）		
	HC1 级或 HC2 级	HC3 级	HCB 级
≤1	2.0	20.0	4.0
>1~2	1.8	17.6	3.6
>2~3	1.6	16.1	3.2
>3~5	1.3	13.2	2.6
>5~10	1.0	10.2	2.0
>10~20	0.80	8.1	1.6
>20~50	0.60	6.1	1.2
>50~100	0.50	4.8	1.0
>100~200	0.40	3.8	0.80
>200~500	0.30	2.9	0.60
>500	0.20	2.2	0.40

[注]: HC1 级适用于硼硅酸盐玻璃制成的玻璃容器分级; HC2 级适用于内表面经过处理的玻璃容器分级。必要时需要通过表面侵蚀试验对内表面是否经过处理进行判断。表面侵蚀试验方法: 将 40%氢氟酸溶液- 2mol/L 盐酸溶液(1: 9)的混合溶液注入试样至满口容量, 于室温放置 10min, 然后小心地倒出试样中的溶液。用水冲洗试样 3 次, 再用试验用水冲洗试样 2 次以上, 然后按内表面耐水性测定法进行试验。如果试验结果高于原始内表面的试验结果 5 倍以上, 则认为这些样品经过表面处理。(注意: 氢氟酸具有极强的腐蚀性, 即使极少量也有可能危及生命的伤害。)

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