

## 附件

## 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  $0.1 \text{mS/m}$ 。

（2）试验用水应在经过老化处理的烧杯中煮沸 15 分钟以上以去除二氧化碳等气体。试验用水对甲基红应呈中性，即在 50ml 水中加入甲基红指示液（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。

（3）试验用水通常在具有磨口玻璃塞的烧瓶中可在 24 小时内使用，但其 pH 值不能有明显变化。

**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<br>(ml)    | 一次滴定所需容器的最少<br>数量 (个) | 一次滴定所需浸提液的<br>体积 (ml) | 滴定次数 |
|-----------------|-----------------------|-----------------------|------|
| $\leq 3$        | 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，然后使容器完全晾干。

## 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 的平底容器为其 3 个样品满口容量的平均值；容量 100ml 以下的平底容器为其 6 个样品满口容量的平均值）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），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，使蒸汽从排气阀喷出持续 10 分钟，关闭排气阀，继续加热，在 19~33 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±1 分钟后，缓缓冷却和减压，在 38~46 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，加入甲基红指示液 2 滴。用盐酸滴定液（0.01mol/L）滴定至微红色，并用空白试验校正。

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。

**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  | 3.1   |
| >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  |

备注：HC1 级适用于的硼硅酸盐玻璃制成的玻璃容器的分级；HC2 级适用于内表面经过处理的玻璃容器的分级。玻璃内表面处理可通过外观或表面侵蚀试验进行判断。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。

---

起草单位：中国食品药品检定研究院

复核单位：江西省药品检验检测研究院