

附件

气体透过量测定法

本法系用以测定药用薄膜或薄片的气体透过量。本法包括压差法和电量分析法。电量分析法仅适用于检测氧气透过量。

气体透过量系指在恒定温度和单位压力差下，在稳定透过时，单位面积和单位时间内透过试样的气体体积。通常以标准温度和 1 个标准大气压下的体积值表示，单位为： $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot 0.1\text{MPa})$ 。

气体透过系数系指在恒定温度和单位压力差下，在稳定透过时，单位面积和单位时间内透过单位厚度试样的气体体积。通常以标准温度和 1 个标准大气压下的体积值表示，单位为： $\text{cm}^3 \cdot \text{cm}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot 0.1\text{MPa})$ 。

测试环境：温度： $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，相对湿度： $(50 \pm 5)\%$

第一法 压差法

药用薄膜或薄片将低压室和高压室分开，高压室充约 0.1MPa 的试验气体，低压室的体积已知。试样密封后用真空泵将低压室内的空气抽到接近零值。用测压计测量低压室的压力增量 Δp ，可确定试验气体由高压室透过供试品到低压室的以时间为函数的气体量，但应排除气体透过速度随时间而变化的初始阶段。

仪器装置 压差法气体透过量测定仪，主要包括以下几部分：

透气室 由上、下两部分组成，当装入样品时，上部为高压室，用于存放试验气体，装有气体进样管。下部为低压室，用于贮存透过的气体并测定透气过程中的前后压差。

测压装置 高、低压室应分别有一个测压装置，高压室的测压装置灵敏度应不低于 100Pa，低压室测压装置的灵敏度应不低于 5Pa。

真空泵 应能使低压室的压力不大于 10Pa。

试验气体 纯度应大于 99.5%。

测定法 除另有规定外，选取厚度均匀，无褶皱、折痕、针孔及其他缺陷的适宜尺寸的试样三片，在材料朝向试验气体的一面做好标记，在 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 环境下，置于干燥器中，放置 48 小时以上，用适宜的量具测量样品厚度，精确到 0.001mm，至少测量 5 个点，取算术平均值。置仪器上，进行试验。为剔除开始试验时的非线性阶段，应进行 10 分钟的预透气试验，继续试验直到在相同的时间间隔内压差的变化保持恒定，达到稳定透过，按下式计算气体透过量 (Q_g)：

$$Q_g = \frac{\Delta P}{\Delta t} \times \frac{V}{S} \times \frac{T_0}{P_0 T} \times \frac{24}{(P_1 - P_2)}$$

式中 Q_g 为材料的气体透过量, $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot 0.1\text{MPa})$;

$\Delta P/\Delta t$ 为在稳定透过时, 单位时间内低压室气体变化的算术平均值, Pa/h ;

V 为低压室体积, cm^3 ;

S 为试样的试验面积, m^2 ;

T 为试验温度, K ;

$P_1 - P_2$ 为试样两侧的压差, Pa ;

T_0 为标准状态下的温度 (273.15K);

P_0 为 1 个标准大气压 (0.1MPa)。

试验结果以三个试样的算术平均值表示, 每一个试样测定值与算术平均值的偏差不得过 $\pm 10\%$ 。

气体透过系数 (P_g) 按下式计算:

$$P_g = \frac{\Delta P}{\Delta t} \times \frac{V}{S} \times \frac{T_0}{P_0 T} \times \frac{24 \times D}{(P_1 - P_2)} = Q_g \times D$$

式中 p_g 为材料的气体透过率, $\text{cm}^3 \cdot \text{cm}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot 0.1\text{MPa})$;

$\Delta p/\Delta t$ 为在稳定透过时, 单位时间内低气压室气体压力变化的算术平均值, Pa/h ;

T 为试验温度, K ;

D 为试样厚度, cm 。

试验结果以三个样品的算术平均值表示。

气体透过量 and 气体透过系数也可由仪器所带的计算机分析软件进行直接计算得到。

第二法 电量分析法 (库仑计法)

供试品将透气室分为两部分。样品的一侧通氧气, 另一侧通氮气载气。透过样品的氧气随氮气载气一起进入电量分析检测仪中进行化学反应并产生电压, 该电压与单位时间内通过电量分析检测仪的氧气量成正比。

仪器装置 电量分析法气体透过量测定仪, 仪器主要包括以下几部分:

透气室 由两部分构成, 应配有测温装置, 还需装配适宜的密封件, 样品测试面积根据测试范围调整, 通常应在 1cm^2 到 150cm^2 之间。

载气 通常为氮气或者含一定比率的氢气和氮气混合气。

试验气体 纯度应不低于 99.5%。

电量检测器（库仑计）对氧气敏感，运行特性恒定，用来测量透过的氧气量。

测定法 除另有规定外，选取厚度均匀、平整、无褶皱、折痕、针孔及其他缺陷的适宜尺寸的试样三片，在材料朝向试验气体的一面做好标记，在 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 环境下，置于干燥器中，放置 48 小时以上，用适宜的量具测量样品厚度，精确到 0.001mm ，至少测量 5 个点，取算术平均值。将样品放入透气室，然后进行试验，当仪器显示的值已稳定一段时间后，测试结束。

氧气透过率 (R_{O_2}) 按下式计算：

$$R_{O_2} = \frac{(E_e - E_0) \times Q}{A \times R}$$

式中 R_{O_2} 为氧气透过率， $\text{cm}^3 / (\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$

E_e 为稳态时测试电压， mV

E_0 为试验前零电压， mV

A 为试样面积， m^2

Q 为仪器校准常数 $\text{cm}^3 \cdot \Omega / (\text{mV} \cdot 24\text{h})$

R 为负载电阻值， Ω

氧气透过量按下式进行计算：

$$P_{O_2} = \frac{R_{O_2}}{P}$$

式中 P_{O_2} 为氧气透过量， $\text{cm}^3 / (\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot 0.1\text{MPa})$

R_{O_2} 为氧气透过率， $\text{cm}^3 / (\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$

P 为透气室中试验气体侧的氧气分压，单位为 MPa ；即氧气的摩尔分数乘以总压力（通常为 1 个大气压）。载气侧的氧气分压视为零。

试验结果以三个样品的算术平均值表示，每一个样品测定值与算术平均值的偏差不得过 $\pm 10\%$ 。

氧气透过系数按下式进行计算：

$$\bar{P}_{O_2} = P_{O_2} \times t$$

式中 $\bar{P}_{O_2}$ 为氧气透过系数， $\text{cm}^3 / (\text{m} \cdot 24\text{h} \cdot 0.1\text{MPa})$

P_{O_2} 为氧气透过量， $\text{cm}^3 / (\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot 0.1\text{MPa})$

t为试样平均厚度，m

试验结果以三个样品的算术平均值表示。

氧气透过量和氧气透过系数也可由仪器所带的计算机分析软件进行直接计算得到。

起草单位：上海市食品药品包装材料测试所

复核单位：江西省药品检验检测研究院