

国家食品药品监督管理局
国家药品包装容器（材料）方法标准
（试行）

YBB00152004

玻璃耐沸腾混合碱水溶液浸蚀性测定法
Boll Nai Felteng Hunhejiashui Rongye Jinshixing Cedingfangfa
Tests for resistance to attack of glass by a boiling aqueous solution of
mixed alkali

本法适用于各类药用玻璃耐碱性的测定和分级。

本法是将总表面积为 10cm^2 – 15cm^2 的玻璃供试品，用等体积的 0.5mol/L 碳酸钠和 1mol/L 氢氧化钠沸騰混合溶液浸蚀 3 小时，测定该玻璃供试品单位表面积损失的质量。

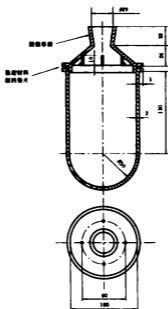
仪器

试验容器：用纯铝或耐碱的铝合金或焊接不锈钢制成（焊接不锈钢的相关成份： $18\%Cr$ 、 $10\%Ni$ 、 $0.08\%C$ 以及附加 Ti），容器（如图 1 所示）是由带半球形的底或平底和紧密结合的盖子组成的圆柱形容器，盖子具有耐蚀口和插温度计的小嘴，并在下面配有四个悬挂样品的吊钩，必要时可加一个材质稳定的垫圈以保证杯体和盖子之间接触密封。

冷凝器：球形或直形，长度为 400mm 由耐化学浸蚀的玻璃制成。

古氏玻璃漏斗：（如图 2 所示）由耐化学浸蚀的玻璃制成，上口用塞子与冷凝器连接，漏斗下管用塞子与容器的颈部连接，塞子应由材质稳定的材料制成，并预先要在水中煮沸 60 分钟。

加热浴池：配有一个能加热甘油和在 100°C – 120°C 任 温度恒温的控制器，并配有搅拌装置。



材料: 玻璃或耐碱铝合金。
制作: 将 4 个瓶子放在瓶子上, 将一个
扁平玻璃的夹板安到瓶子上。

盖子的结构示意图, 显示构造的位置

图 1 试验容器图

供试品 将玻璃制品切割成易测形状, 总表面积为 $10\text{cm}^2 \sim 15\text{cm}^2$ 的两个供试品, 断面精工研磨, 不得用火抛光, 新切割表面不多于总表面积的 20%, 计算供试品的总表面积, 误差应小于 2%, 记录所测得值。清洗每个供试品, 然后用镊子夹住供试品, 用纯化水分别冲洗三遍, 再用内酮或无水乙醇漂洗, 放在 110°C 烘箱中干燥 60 分钟, 再将供试品转入干燥器中冷却至室温, 然后精称至 0.1mg, 记录其质量 m_1 。

若测定玻璃材质耐碱性时, 应考虑表面结构的影响, 供试品须经混合酸预处理, 其操作如下: 在塑料烧杯中放入供试品, 加入氢氟酸 (40%)、盐酸 (1:9) 混合溶液将其完全浸没, 用磁力搅拌器搅拌 10 分钟, 用镊子 (头部包有塑料或铂, 用前用稀盐酸处理, 再用水洗净) 将供试品取出, 依上述进行清洗、干燥、冷却、称重。

测定法 将试验容器浸入加热浴池内, 在试验容器内加入 0.5mol/L 碳酸钠溶液 400mL 和 1mol/L 氢氧化钠溶液 400mL, 使试验容器内液面¹与浴池的液面一致, 盖盖后安装上

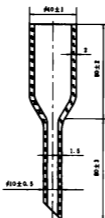


图2 古氏玻璃漏斗

古氏玻璃漏斗和冷凝器，接通冷凝器水流，启动搅拌器并加热溶液，使试验容器内的温度达到 $102.5^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，应控制回流液下滴速度为 (4-6) 秒/滴，然后打开盖子用铁丝将供试品悬挂在容器盖子的吊钩上，将供试品浸入沸腾的溶液中（供试品之间或供试品同容器壁之间不得相互碰撞）连续煮沸 $3\text{h} \pm 2$ 分钟，将供试品取出，快速放入 1mol/L 盐酸溶液里浸泡三次，用水洗涤三次，最后用内酮或无水乙醇洗净，放在 110°C 烘箱中干燥 60 分钟，转入干燥器中冷却至室温，精称至 0.1mg ，记录其质量 m_2 。

结果的表示方法和分值 对每个测得的结果计算供试品单位表面积损失的质量 ρ_A ，其计算公式如下：

$$\rho_A = \frac{100 \times (m_1 - m_2)}{A}$$

式中： ρ_A ——供试品单位表面积损失的质量， mg/dm^2 ；

m_1 ——供试品最初质量， mg ；

m_2 ——供试品最终质量， mg ；

A ——供试品总表面积， cm^2 。

供试品总表面积的计算：

当供试品为管状时，供试品总表面积的计算公式如下：

$$S = 3.14(D_n + D_n)(H + \frac{D_n - D_n}{2})$$

式中：S——供试品总表面积；

D_n ——玻璃外径；

D_n ——玻璃内径；

H——玻璃高度。

当供试品为弧形片状时，供试品总表面积的计算公式如下：

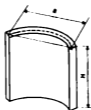


图 3

$$S = \frac{3.14(R_n + R_n)[H + (R_n - R_n)]}{90} \cdot \sin^{-1} \frac{a/2}{R} + 2H(R_n - R_n)$$

式中：S——供试品总表面积；

R_n ——圆形样品外径的半径；

R_n ——圆形样品内径的半径；

H——弧形片高度；

a——弧形片厚度的中间弧的弦长。

由两个供试品所得的结果求出平均值。两个结果与平均值之差不得大于 10%，否则必须再取两个供试品重新测定。

按照本法所规定的方法试验时，供试品应根据每平方分米所损失的质量毫克数进行分级，见表 1。

表 1 耐碱试验分级表

级 别	特 性	3h 后单位面积损失的质量, mg/dm^2
1	低腐蚀性	$0 \sim \leq 75$
2	弱腐蚀性	$> 75 \sim \leq 175$
3	高腐蚀性	> 175

玻璃耐沸碱混合碱水溶液浸蚀性测定法起草说明

一、概况

1、任务来源：本标准是依据国家食品药品监督管理局药品注册司食药监注函[2004]26号文《关于做好2004年药包材标准制（修）定工作的通知》而起草的。

2、目的：盛装药品的玻璃容器，其材质的化学性质是否稳定，将直接影响药品的质量和疗效，直接影响人身的安全。通过测定玻璃对碱水溶液的耐浸蚀的强弱，以便盛装适合的內容物。

由于各种药品的性质不同，生产与之相适应的、不同材质的玻璃包装容器就显得十分必要，特别是盛装直接输入人体的、或需要长期贮存、且对玻璃材质要求高的药品的玻璃容器，就要求玻璃材质必须具有很高的化学稳定性，而有些药品，对其盛装玻璃包装容器材质要求不高的，则可根据安全的原则，生产符合标准中规定的相应耐碱级别的产品。

3、起草原则：为了使国家药用包装容器（材料）检验测试方法标准能与国际接轨，又保留我国特色，因此在起草本标准时，查阅参考了有关国际标准和国外先进标准，同时还参考了中华人民共和国药典和相关国家标准。

本标准参考了国际标准 ISO 695：1991《耐沸碱混合碱水溶液浸蚀性—试验方法和分级》

二、关于标准项目说明

本法在我国玻璃仪器行业应用已40年，方法稳定可靠，能区别玻璃耐碱的优劣。

供试品应为企业生产的合格的药用玻璃制品（经生产企业检验部门检验合格的产品）。