水蒸气透过量测定法

Shuizhengqi Touguoliang Cedingfa

Test Methods for Water Transmission

水蒸气透过量系指在规定的温度、相对湿度，一定的水蒸气压差下，试样在一定时间内透过的水蒸气的量。

药用薄膜、薄片及药用铝箔的水蒸气透过量系指在规定的温度、相对湿度，一定的水蒸气压差和一定厚度的条件下，1 平方米的试样在 24 小时内透过的水蒸气的量。单位为：g/（m^2•24h）。

液体瓶水蒸气透过量系指在规定的温度、相对湿度环境中，一定时间内瓶中水分损失的百分比。单位为：%。

固体瓶水蒸气透过量系指在规定的温度、相对湿度环境中，每升容量的瓶在 24 小时内透入的水蒸气量。单位为：mg/（24h•L）。

输液用容器水蒸气透过量系指在规定的温度、相对湿度环境中，一定时间内容器中水分损失的百分比。单位为：%。

第一法 杯式法

一般适用于水蒸气透过量不低于 2g/（m^2•24h）的薄膜、薄片。

杯式法系指将试样固定在特制的透湿杯上，通过测定透湿杯的重量增量来计算药用薄膜、薄片及药用铝箔的水蒸气透过量的分析方法。

仪器装置 （1）恒温恒湿箱：恒温恒湿箱温度精度为±0.6℃；相对湿度精度为±2％；风速为 0.5~2.5m/s。恒温恒湿箱关闭之后，15 分钟内应重新达到设定的温、湿度。

（2）透湿杯：应由质轻、耐腐蚀、不透水、不透气的材料制成。有效测定面积不得低于 25 cm^2。

（3）分析天平：灵敏度为 0.1mg。

（4）干燥器。

（5）密封蜡：密封蜡应在温度 38℃、相对湿度 90％条件下暴露不会软化变形。若暴露表面积为 50cm^2，则在 24 小时内质量变化不能超过 1mg。例如：石蜡（熔点为 50～52℃）与蜂蜡的配比约为 85:15。

（6）干燥剂：无水氯化钙粒度为 0.60~2.36mm。使用前应在 200℃±2℃烘箱中，干燥 2 小时。

透湿杯：组装图见图 1：

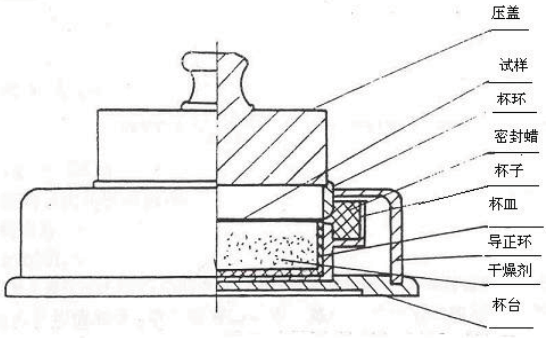

图 1　透湿杯组装图

试验条件 除另有规定外，A：温度 23℃±0.6℃，相对湿度 90%±2%

B：温度 38℃±0.6℃，相对湿度 90%±2%

测定法 除另有规定外，选取平整、无可见缺陷的试样三片，分别用圆片冲刀冲切，试样直径应介于杯环直径与杯子直径之间。将干燥剂放入清洁的杯皿中，加入量应使干燥剂距试样表面约 3mm 为宜。将盛有干燥剂的杯皿放入杯子中，然后将杯子放到杯台上，试样放在杯子正中，加上杯环后，用导正环固定好试样的位置，再加上压盖。小心地取下导正环，将熔融的密封蜡浇灌至杯子的凹槽中，密封蜡凝固后不允许产生裂纹及气泡。待密封蜡凝固后，取下压盖和杯台，并清除粘在透湿杯边及底部的密封蜡。在 23℃±2℃环境中放置 30 分钟，称量封好的透湿杯。将透湿杯放入已调好温度、湿度的恒温恒湿箱中，16 小时后从箱中取出，放在处于 23℃±2℃环境中的干燥器中，平衡 30 分钟后进行称量，称量后将透湿杯重新放入恒温恒湿箱内，以后每两次称量的间隔时间为 24、48 或 96 小时，称量前均应先放在处于 23℃±2℃环境中的干燥器中，平衡 30 分钟。直到前后两次质量增量相差不大于 5%时，方可结束试验。（注：每次称量后应轻微晃动杯子中的干燥剂，使其上下混合；干燥剂吸湿总增量应小于 10%）同时取一个试样进行空白试验。（注：空白试验系指除杯中不加干燥剂外，其它试验步骤同样品试验）。水蒸气透过量（*WVT*）按下式进行计算：

$$WVT = \frac{24 \times (\Delta m_1 - \Delta m_2)}{A \times t}$$

式中： *WVT*—水蒸气透过量，g/（m^2•24h）；

t—质量增量稳定后的两次间隔时间，h；

Δm_1—t 时间内的样品试验试样质量增量，g；

Δm_2—t 时间内的空白试验试样质量增量，g；

A—试样透水蒸气的面积，m^2。

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应不得过±10%。

第二法 电解分析法

电解分析法系指水蒸气遇电极电解为氢气和氧气，通过电解电流的数值计算出单位时间内透过单位面积试样的水蒸气透过总量的水蒸气透过量分析方法。

仪器装置 水蒸气透过量测定仪，仪器主要包括以下几部分：

透湿室：上端测试皿包含一个在饱和盐溶液中浸泡过的毛玻璃板，以保持试样一端的水蒸气，下端与电解槽相通。

测试装置：精度为读数的±2％，不小于 0.01*g*/（m^2•24h）。

试验条件 除另有规定外，A：温度 23℃±0.5℃，相对湿度 85%±2%

B：温度 38℃±0.5℃，相对湿度 90%±2%

测定法 除另有规定外，选取平整无可见缺陷的试样三片，进行试验，所需相对湿度可通过盐溶液调节。配制方法见表 1，当显示的值已稳定一段时间后，测试结束（当相邻 3 次电流采样值波动幅度不大于 5%时，可视为电流已保持恒定，水蒸气渗透量达到稳定状态）。

表 1　　相对湿度的配制

温度（℃）	相对湿度（%）	溶液
23	85	KCl 饱和溶液
38	90	KNO_3 饱和溶液

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应不得过±10%。按下式计算每个试样的水蒸气透过率。

$$WVTR = 8.067 \times \frac{I}{A}$$

式中：*WVTR*—试样的水蒸气透过量，g/（ m^2·24h）；

A—试样的透过面积，m^2；

I—电解电流，A；

8.067—仪器常数，g/（A·24h）。

第三法 重量法

（1）适用于口服、外用液体瓶

仪器装置 ①恒温恒湿箱：恒温恒湿箱温度精度为±2℃；相对湿度精度为±5％；风速为0.5~2.5m/s。恒温恒湿箱关闭之后，15 分钟内应重新达到规定的温、湿度。

②分析天平：灵敏度为 0.1mg。

试验条件 除另有规定外，A： 温度 40℃±2℃，相对湿度 25%±5%

B： 温度 25℃± 2℃，相对湿度 40%±5%

C： 温度 30℃±2℃，相对湿度 35%±5%

测定法 除另有规定外，取试验瓶适量，在瓶中加入水至标示容量，旋紧瓶盖，精密称重。然后将试瓶置于恒温恒湿箱中，放置 14 天，取出后，室温放置 45 分钟后，精密称定。按下式计算重量损失：

$$\frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\%$$

式中：W_1—试验前液体瓶及水溶液的重量，g；

W_0—空液体瓶重量，g；

W_2—实验后液体瓶及水溶液的重量，g。

（2）适用于固体瓶

仪器装置 ①恒温恒湿箱：恒温恒湿箱温度精度为±0.6℃；相对湿度精度为±2％；风速为0.5~2.5m/s。恒温恒湿箱关闭之后，15 分钟内应重新达到规定的温、湿度。

②分析天平：灵敏度为 0.1mg。

试验条件 除另有规定外，A：温度 40℃±2℃，相对湿度 75%±5%

B：温度 30℃±2℃，相对湿度 65%±5%

C：温度 25℃±2℃，相对湿度 75%±5%

测定法 除另有规定外，取试验瓶适量，用干燥绸布擦净每个试瓶，将瓶盖连续开、关 30 次后，在试瓶内加入干燥剂无水氯化钙（除去过 4 目筛的细粉，置 110℃干燥 1 小时）：20ml 或 20ml 以上的试瓶，加入干燥剂至距瓶口 13mm 处；小于 20ml 的试瓶，加入的干燥剂量为容积的 2/3，立即将盖盖紧。另取两个试瓶装入与干燥剂相等量的玻璃小球，作对照用。试瓶紧盖后分别称定重量，然后将试瓶置于恒温恒湿箱中，放置 72 小时，取出，用干燥绸布擦干每个试瓶，室温放置 45 分钟，分别称定。按下式计算水蒸气渗透量：

$$\text{水蒸气渗透量} = \frac{1000}{3V}\left[\left(T_t - T_i\right) - \left(C_t - C_i\right)\right]$$

式中：*V*—试瓶的容积，ml；

T_i—试瓶试验前的重量，mg；

C_i—对照瓶试验前的平均重量，mg；

T_t—试瓶试验后的重量，mg；

C_t—对照瓶试验后的平均重量，mg。

（3）适用于输液用容器

仪器装置 ①恒温恒湿箱：恒温恒湿箱温度精度为±2℃；相对湿度精度为±5％；风速为0.5~2.5m/s。恒温恒湿箱关闭之后，15分钟内应重新达到规定的温、湿度。

②分析天平：灵敏度为1mg。

试验条件 除另有规定外，A：温度40℃±2℃，相对湿度25%±5%

B：温度25℃±2℃，相对湿度40%±5%

C：温度30℃±2℃，相对湿度35%±5%

测定法 除另有规定外，取装液容器数个，精密称重。然后将容器置于恒温恒湿箱中，放置14 天，取出后，室温放置 45 分钟后，精密称定。按下式计算重量损失：

$$\frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\%$$

式中：W_1—试验前液体瓶及水溶液的重量，g；

W_2—试验后液体瓶及水溶液的重量，g。

第四法　红外检测器法

本法适用于塑料薄膜、含塑料的多层复合膜、片材等材料的水蒸气透过率的测定。

1、原理

当样品置于测试腔时，样品将测试腔隔为两腔。样品一边为低湿腔，另一边为高湿腔，里面充满水蒸气且温度已知。由于存在一定的湿度差，水蒸气从高湿腔通过样品渗透到低湿腔，由载气传送到红外检测器产生一定量的电信号，当试验达到稳定状态后，通过输出的电信号计算出样品水蒸气透过率。

2、样品

2.1　样品应具有代表性，无褶皱、折痕、针孔等。样品应厚度均匀，每片样品的面积应大于仪器的测试面积，并可以密封安装在仪器上。

2.2　除另有规定外，每组样品至少为 3 片。

2.3　除另有规定外，应按 GB/T 6672 的规定测试厚度，每个样品至少均匀间隔测量 3 个点。

3、试验状态调节

除另有规定外，样品应在温度 23℃±2℃，相对湿度 50%±10%的条件下，进行状态调节，调节时间至少 4h。

4、仪器装置

4.1　红外透湿仪示意图见图 1。透湿仪由湿度调节装置、测试腔、红外检测器、干燥管及流量表等组成。高湿腔的湿度调节可采用载气加湿的方式或饱和盐溶液的方式调节，红外检测器与低湿腔相连测定水蒸气浓度。

4.2　测试腔：测试面积一般为 50cm^2；样品不应接触测试腔的腔体内表面，测试腔的温度应控制在±0.5℃以内。

4.3　流量计：范围 5～100ml/min。

4.4　红外传感器对水蒸气的灵敏度为 1μg/L 或 1mm^3/dm^3。

4.5　干燥管：能够将载气（空气或氮气）干燥至检测限或检测限以下。

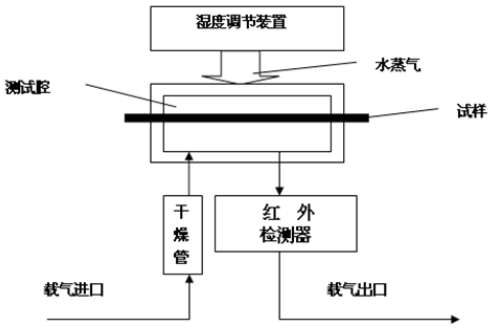

图 1　　红外透湿仪示意图

5、测试条件

应优先从表 1 中选择测试条件，也可根据实际需要变动测试条件。

表 1　　测试条件

序号	温度（℃）	相对湿度（%）
1	25±0.5	90±2
2	38±0.5	90±2
3	40±0.5	90±2
4	23±0.5	85±2
5	25±0.5	75±2

6、步骤

6.1 按 6.2～6.5 的步骤测定参考膜的水蒸气透过率值，进行仪器校正。

参考膜的水蒸气透过率值需每一年校正一到二次，实验室或检测机构应有效维护和使用参考膜。

6.2 通干燥载气，测定仪器的零点漂移值。

6.3 将高湿腔的湿度调节到指定值。

6.4 将参考膜或样品平铺、密闭于测试腔内，注意不要使样品起皱或松弛。

6.5 通干燥载气，调节载气流量到规定值，载气流量应保持稳定，流量示值偏差应在 5%以内，开始测定，直至试验稳定时输出的电压值或仪器显示的水蒸气透过率值变化在 5%以内。如果输出值变化未在 5%以内，应在报告里加以说明。

注：试验具体操作如零点漂移测定、载气流量调节等等应根据所测材料阻隔性能的高低，按照仪器使用说明书的要求进行。

7、计算

按照下式计算每个样品水蒸气透过率：

$$WVTR = \frac{S \times (E_S - E_0)}{(E_R - E_0)} \times \frac{A_R}{A_S}$$

式中：　$WVTR$—样品的水蒸气透过率，g/（m^2•24h）；

E_o—零点漂移值电压，V；

E_R—参考膜测试稳定时电压，V；

S—参考膜水蒸气透过率，g/（m^2•24h）；

E_S—样品测试稳定时电压，V；

A_R—参考膜测试面积，m^2；

A_S—样品测试面积，m^2。

8、结果

试验结果以所测样品的算术平均值表示，结果若小于 1，小数点后保留 2 位；大于 1，则保留两位有效数字。