

121℃内表面耐水性测定法

121℃ Neibiaomian Naishuixing Cedingfa

Tests for Hydrolytic Resistance of Interior Surfaces

本法适用于采用滴定法对各类药用玻璃容器内表面耐水性的测定和分级。

本法是一种表面试验法。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容器受水浸蚀的程度并分级。

试剂 试验用水

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之（参见GB12416.1-90 药用玻璃容器的耐水性试验方法和分级 标准参考件），其电导率在 25℃±1℃时，不得超过 0.1mS/m。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之类的溶解气体。试验用水对甲基红应呈中性。即在 50ml 水中加入 4 滴甲基红指示液时，产生一种相当于 pH5.5±0.1 的橙红色。该水亦可用于做空白试验。试验用水通常可在具有磨口玻璃塞的烧杯中贮存 24 小时而不改变其 pH 值。

仪器 高压蒸汽灭菌器、滴定管、烧杯、烧瓶（注：新的烧杯、烧瓶需经过老化处理，即用纯化水充至瓶颈上部，然后按测定法中的热压条件反复处理，直到其中的纯化水对甲基红呈中性）。

供试品 供试容器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

容量, ml (相当于灌装体积)	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 以上~30	5	50.0	2
30 以上~100	3	100.0	2
100 以上	1	100.0	3

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

取清洗干净后的供试容器，加试验用水至其满口容量的 90%，对于安瓿等容量较小的容器，则灌装水至瓶身缩肩部，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。将供试品放入高压蒸汽灭菌器中，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℃，到达该温度时开始记时。在 121℃

保持 60 分钟±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）。从灭菌器中取出供试品，冷却至室温。

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 浸提液至锥形烧瓶中，同法制备 3 份。

以水作为参比溶液，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。

结果表示方法 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。

分级 玻璃容器应根据盐酸滴定液（0.01mol/L）的消耗量（ml）进行分级，见表 2。

表 2 玻璃容器内表面试验的耐水性分级（滴定法）

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

注：HC1 级适用于的硼硅酸盐玻璃制成的玻璃容器的分级；HC2 级适用于以钠钙玻璃制成的内表面经过特殊处理的玻璃容器的分级。