



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4548—XXXX  
代替 GB/T 4548—1995

## 玻璃制品 玻璃容器内表面耐水侵蚀性能 用滴定法测定和分级

Glassware—Hydrolytic resistance of the interior surfaces of glass  
containers—Determination by titration method and classification

征求意见稿

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化部分的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 4548—1995《玻璃容器内表面耐水侵蚀性能测试方法及分级》，与GB/T 4548—1995相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了范围（见第1章，1995年版的第1章）；
- 更改了规范性引用文件和部分术语和定义（见第2章、3.2、3.4、3.5、3.6, 1995年版的第2章、3.4、3.1、3.6、3.7）；
- 删除了部分术语和定义（见1995年版的3.3、3.5、3.8、3.9）；
- 更改了原理（见第4章，1995年版的第4章）；
- 增加了试剂的总则（见5.1）；
- 更改了蒸馏水和试验用水的要求（见5.2、5.3，1995年版的5.6、5.1）；
- 更改了高压灭菌器、滴定管、细口锥形烧瓶、烧杯的要求（见6.1、6.2、6.3、6.6，1995年版的6.1、6.2、6.3、6.6）；
- 删除了水浴锅和触液板（见1995年版的6.5、6.7）；
- 增加了加热装置、金属箔的要求和试验环境（见6.5、6.7、第7章）；
- 更改了平底玻璃容器、圆底玻璃容器、有嘴玻璃容器、安瓿的灌装容量的测试方法（见8.2.1、8.2.3、8.2.4，1995年版的7.2.1、7.2.2、7.2.4、7.2.5）；
- 增加了注射器和药筒的灌装容量的测定、概述（见8.2.5、9.1）；
- 更改了样品清洗方法（见9.2，1995年版的8.1）；
- 删除了升温速率、降温速率（见1995年版的8.2）；
- 增加了升温时间、降温时间、容量小于等于2 mL容器的灌装和加热要求、参比溶液空白的测定方法（见9.3、9.4）；
- 更改了样品冷却的要求（见9.3, 1995年版的8.2）；
- 增加了滴定的时间限制要求（见9.4）；
- 更改了甲基红指示剂的加入用量（见9.4，1995年版的8.3）；
- 增加了容量区间2 mL~3 mL、3 mL~5 mL的玻璃容器的级别判定（见10.2中表2，1995年版的9.2中表2）；
- 更改了区分HC1级和HC2级的方法（见10.2中表2的表注，1995年版的9.3）；
- 更改确定玻璃容器是否已作表面处理的试验，将其内容作为资料性附录（见附录A，1995年版的8.4）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国日用玻璃标准化技术委员会（SAC/TC377）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1984年首次发布为GB 4548—1984, 1995年第一次修订。
- 本次为第二次修订。

# 玻璃制品 玻璃容器内表面耐水侵蚀性能 用滴定法测定和分级

## 1 范围

本文件描述了玻璃容器内表面在经受 $(121\pm 1)$  °C水侵蚀 $(60\pm 1)$  min后, 通过用盐酸溶液滴定萃取液的方法测定玻璃容器内表面被水侵蚀的程度。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中, 注日期的引用文件, 仅该日期对应的版本适用于本文件; 不注日期的引用文件, 其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2637 安瓿

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 15724 实验室玻璃仪器 烧杯

GB/T 22362 实验室玻璃仪器 烧瓶

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 硼硅酸盐玻璃 borosilicate glass

含有一定量的氧化硼(质量分数通常在5%到13%之间)的硅酸盐玻璃。这种玻璃由于其成分含有大量的氧化硼而具有较高的耐水性能。硼硅酸盐玻璃这种玻璃还可以含有氧化铝和/或碱土金属氧化物。用这种玻璃制成的各种容器符合本标准规定的HC1级。

### 3.2

#### 钠钙玻璃 soda-lime-silicaglass

碱金属氧化物(主要是氧化钠)含有质量分数约为15%、碱土金属氧化物(主要是氧化钙)含有质量分数约为15%的硅酸盐玻璃。用这种玻璃制成的各种容器符合本标准规定的HC3级。

### 3.3

#### 安瓿 ampoule

通常用薄壁玻璃管制成且有不同形状管颈的小型平底玻璃容器, 灌装后采用火焰封口, 其容量一般不大于30 mL。

### 3.4

#### 容器 container

任何由硼硅酸盐玻璃或钠钙玻璃制成的产品以及能够用作直接接触药物制剂的主要包装材料, 如一般玻璃瓶、小玻璃瓶、注射器、安瓿和药筒。参见图1。

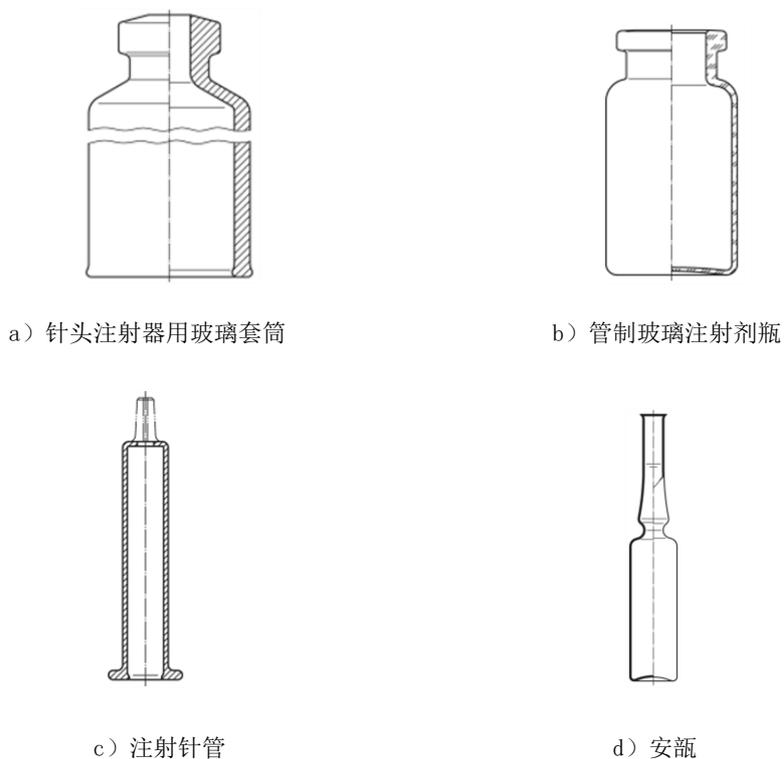


图1 容器示例

## 3.5

**满口容量 brimful capacity**

放置在水平面上的容器灌满水时水的体积。

## 3.6

**灌装容量 filling volume**

灌注入容器中的水的体积。

注：灌装容量测定详见8.2。灌装容量是一个用于比较不同来源或批次容器组的测试特定量，其与产品的标称容量无关。

## 4 原理

本方法是一种表面试验法。

规定的水注入样品至规定的容量，并在规定条件下将未紧密封顶的容器加热。通过滴定萃取液来确定对样品内表面被水侵蚀的程度。

耐水性HC1级的玻璃容器：由硼硅酸盐玻璃制成；

耐水性HC2级的玻璃容器：通常由经过表面处理的钠钙玻璃制成；

耐水性HC3级的玻璃容器：通常由钠钙玻璃制成；

耐水性HCB级的玻璃容器：通常由硼硅酸盐玻璃或耐水性能较好的钠钙玻璃制成；

耐水性HCD级的玻璃容器：通常由耐水性能较低的钠钙玻璃制成。

## 5 试剂

## 5.1 总则

除非另有说明，试验过程中应使用纯度不低于分析纯的试剂。

## 5.2 蒸馏水

可选用以下方法获得：

- a) 符合 GB/T 6682 中的三级水。
- b) 通过蒸馏、离子交换、反渗透或任何其他合适的方法从具有饮用水质量的水中制备。

## 5.3 试验用水

可选用以下方法获得：

- a) 符合 GB/T 6682 中的二级水。
- b) 通过多次蒸馏从蒸馏水（5.2）中制备试验用水。经多次蒸馏而得的水需放在石英玻璃或硼硅酸盐玻璃制的烧瓶中煮沸至少 15 min 去除二氧化碳并冷却。经过上述方法所制备的水，其电导率在 25℃ 时不应超过  $1 \mu\text{S}/\text{cm}$ ，并应对甲基红指示剂呈现中性。即在 50 mL 制备水中添加 0.05 mL 甲基红指示剂溶液（5.5）时，应呈对应于 pH 值为  $5.5 \pm 0.1$  的橙红色（不是紫红色或黄色）。

## 5.4 盐酸溶液

$c(\text{HCL}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

## 5.5 甲基红指示剂溶液

将 25 mg 甲基红钠盐 ( $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_2$ ) 溶解于 100 mL 试验用水（5.3）中制得。

## 6 仪器设备

### 6.1 高压灭菌器

能承受至少  $2.5 \times 10^5 \text{ N/m}^2$  的压力，并能按照 9.3 中规定的进行加热循环的仪器。它应能保持  $(121 \pm 1)^\circ\text{C}$  的温度，配备一个温度计或一个校准过的热电偶、一个压力计和排气阀。

必要和适当时，高压灭菌器和辅助设备应在使用前用试验用水（5.3）彻底清洁。

### 6.2 滴定管

容量为 50 mL、25 mL、10 mL 或 2 mL，符合 GB/T 12805 中 A 级滴定管的要求。滴定管的容量应根据盐酸溶液（5.4）的预期消耗量选择。

### 6.3 细口锥形烧瓶

容量为 100 mL 和 250 mL，符合 GB/T 22362 的要求。每个新的细口锥形烧瓶在使用前，应使用蒸馏水（5.2）填充并在高压灭菌器中按 9.3 规定进行预处理。

### 6.4 单标线吸量管

应具有适当的容量，并符合 GB/T 12808 中所述 A 级吸量管的要求。

## 6.5 加热装置

如能加热到约80℃的水浴锅或烘箱。

## 6.6 烧杯

应具有适当的容量并符合GB/T 15724的规定。每个新的烧杯在使用前，应使用蒸馏水（5.2）填充并在高压灭菌器中按9.3规定进行预处理。

## 6.7 金属箔

如由铝或不锈钢制成。

## 7 试验环境

环境温度为（22±2）℃，相对湿度为（50±20）%。

## 8 样品

### 8.1 样品数量

待测玻璃容器数量取决于玻璃容器的容量、一次滴定所需的萃取液的体积和所需的滴定次数。它应根据表1中给定的要求进行计算。

表1 容器容量、萃取液体积和滴定次数对应表

容量 $V$ (灌装容量) mL	一次滴定的最少容器个数	一次滴定所需萃取液的体积 mL	滴定次数
$V \leq 3$	10	25.0	1
$3 < V \leq 30$	5	50.0	2
$30 < V \leq 100$	3	100.0	2
$V > 100$	1	100.0	3

### 8.2 灌装容量的测定

#### 8.2.1 平底玻璃容器（安瓿、注射器和药筒除外）

从同一批次样品中随机选择6个（标称容量小于等于100 mL）或3个（标称容量大于100 mL）。清除所有污物及包装碎屑，使干燥的样品达到室温。

对每个空样品进行称重，对于标称容量小于等于30 mL的样品，精确至0.01 g，对于标称容量大于30 mL的样品，精确至0.1 g。将样品放置在水平面上，并用蒸馏水（5.2）将其填充至口部，避免溢出和引入气泡。

对灌装满的样品进行称重，对于标称容量小于等于30 mL的样品精确至0.01 g，对于标称容量大于30 mL的样品精确至0.1 g。计算样品中所含水的质量。

计算所有样品结果的平均值，并用毫升（1 g=1 mL）表示，该值是玻璃容器的平均满口容量。将平均满口容量的90%之值精确到小数点后一位。此数值是特定样品组的灌装容量。

### 8.2.2 圆底玻璃容器

根据8.2.1所述确定灌装容量，测定满口容量时应将样品垂直固定在适当的装置中进行。

### 8.2.3 有嘴玻璃容器

根据8.2.1所述确定灌装容量，测定满口容量时应先用塑料胶带密封玻璃容器的嘴部平面。

### 8.2.4 安瓿

至少将6个干燥的安瓿放在水平表面上，并用滴定管（6.2）注入蒸馏水（5.2）直到水位（凹液面）达到GB/T 2637的 $h_4$ ，即安瓿的底至肩高处（见图2）。读取每个安瓿的容量至小数点后两位，计算平均值。

该体积值精确到一位小数，即为灌装容量。也可采用（8.2.1）所述确定灌装容量。

### 8.2.5 注射器和药筒

选择6个注射器或药筒。使用惰性材料（如针尖帽）封闭小开口（药筒口、针头和/或注射器的鲁尔锥），根据8.2.1所述确定灌装容量。

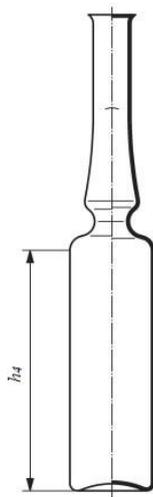


图2 安瓿的灌装容量示意图（最高到  $h_4$ ）

## 9 试验步骤

### 9.1 概述

本试验过程应在一个工作日内完成。

### 9.2 样品的清洗

每个样品的清洗过程应在20 min~30 min内完成。

清除所有开口样品在贮存和运输过程中出现的任何包装碎屑或污物。

试验前，向每个样品中填充蒸馏水（5.2）至口部边缘，并静置（ $20 \pm 5$ ）min。测试前立即清空样品，并用蒸馏水（5.2）冲洗两次，然后用试验用水（5.3）冲洗。

在打开封闭安瓿前，先将其放在约40℃的加热装置（6.5）中加热约2 min，在测试前不必再清洗。

### 9.3 灌装和加热

借助适当的容量测量装置，对根据8.1选出并按9.2清洗过的每个样品，灌注试验用水（5.3）到规定的灌装容量。

包括安瓿在内的每个样品应用惰性材料做不固定的封顶，例如倒置的烧杯（6.6），其尺寸应使烧杯底部紧贴样品边缘。对于安瓿而言，可采用干净的金属箔（6.7）进行封顶，对于注射器和药筒而言，可将其放在一个烧杯中，并用干净的金属箔（6.7）盖住烧杯。

容量为2 mL或更小的样品，其在高压灭菌过程中试验用水不能充分保留，可以选用适当的方式密封，例如，用惰性材料制成的密封塞，并使用夹紧装置固定。

将样品放在装有蒸馏水（5.2）的高压灭菌器（6.1）的架子上，并确保样品高于高压灭菌器中水的液面。

小心关闭高压灭菌器门或盖，但保持排气阀打开。加热高压灭菌器，在20 min~30 min内，使大量蒸汽从排气口逸出，维持此状态约10 min。关闭排气阀，在20 min~22 min内将温度升高至121℃。从达到该温度时起，在 $(121 \pm 1)$ ℃维持 $(60 \pm 1)$  min。然后，在40 min~44 min内，将温度冷却到100℃后排气以防止形成真空。

注：经验表明，加热至121℃的速率、保持温度 $(121 \pm 1)$ ℃和冷却至100℃的速率都是关键性的。偏离规定的条件，可能会产生不同的结果，甚至达到使这些结果无效的程度。

安全地从高压灭菌器中取出样品，并在30 min内冷却至室温。冷却后开始滴定。在冷却时应特别小心，因为大于40℃的温差可能导致玻璃因热冲击而破裂。

### 9.4 萃取液分析

从高压灭菌器中取出容器后1 h内进行滴定。混合从待测样品中获得的萃取液（见表1）。将表1第3列所示的体积倒入细口锥形烧瓶（6.3）中。为了避免在排空小颈安瓿时萃取溶液可通过吸收大气中的二氧化碳（CO<sub>2</sub>）部分中和，可将安瓿倒置并用火焰轻轻加热底座。确保没有火焰气体污染试验溶液。对于容量≤3 mL的样品，吸取25.0 mL的混合萃取液（见表1第3列）移入容量为100 mL的细口锥形烧瓶（6.3）中。对于容量较大的容器中样品，用吸量管将所需的萃取液（见表1第3列）分别移到容量合适的细口锥形烧瓶中（6.3）。

用以下方法测定参比溶液的空白值：

通过吸量管将试验用水（5.3）（相当于从萃取液中取的量）放入与盛装样品萃取液容量相同的细口锥形烧瓶（6.3）中。每25 mL试验用水（5.3）加入0.05 mL甲基红指示液（5.5）。用盐酸溶液（5.4）滴定参比溶液直到出现清晰可见的颜色变化。

对每个烧瓶而言，每25 mL萃取液应加入0.05 mL甲基红指示剂溶液（5.5）并用盐酸溶液（5.4）滴定，直到所出现的颜色与参比溶液的颜色完全匹配。

小于1.0 mL的滴定值应精确到小数点后2位，大于或等于1.0 mL的滴定值应精确到小数点后1位。

## 10 试验结果表示

### 10.1 结果计算

计算滴定结果的平均值，以每100 mL萃取液耗用盐酸溶液（5.4）的毫升数表示。应考虑空白值（见9.4）。

## 10.2 分级

样品按9.4规定进行试验和按10.1规定计算，样品应根据盐酸溶液（5.4）的消耗量进行分级，如表2所示。

表2 玻璃容器内表面耐水性试验（滴定法）的最大限值

玻璃容器的容量（相当于 灌装容量）， mL	每 100 mL 萃取液消耗盐酸溶液[C(HCL) =0.01 mol/L]的最大值， mL/100 mL				
	HC1级	HC2级	HCB级	HC3级	HCD级
≤1	2.0	2.0	4.0	20.0	32.0
>1, ≤2	1.8	1.8	3.6	17.6	28.0
>2, ≤3	1.6	1.6	3.2	16.1	25.7
>3, ≤5	1.3	1.3	2.6	13.2	21.0
>5, ≤10	1.0	1.0	2.0	10.2	17.0
>10, ≤20	0.80	0.80	1.6	8.0	13.5
>20, ≤50	0.60	0.60	1.2	6.1	9.8
>50, ≤100	0.50	0.50	1.0	4.8	7.8
>100, ≤200	0.40	0.40	0.80	3.8	6.2
>200, ≤500	0.30	0.30	0.60	2.9	4.6
>500	0.20	0.20	0.40	2.2	3.6

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处理的玻璃容器的分级。

## 10.3 表示方法

根据本文件测得的玻璃容器内表面耐水性能应表示如下。

示例：9 mL 容量的玻璃容器，每 100 mL 萃取液消耗 1.6 mL 盐酸溶液[C(HCL) =0.01 mol/L]应表示为：

玻璃容器耐水性GB/T 4548-HCB级

## 11 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- a) 执行标准编号；
- b) 样品的必要信息；
- c) 样品的平均满口容量（安瓿除外）；
- d) 样品的灌装容量；
- e) 一次用的样品数；
- f) 若干次滴定的平均值；
- g) 玻璃容器耐水性 HC 级（见 10.3）；
- h) 说明封闭式安瓿是否经过试验；
- i) 观察到的异常现象。

## 附录 A

(资料性)

### 确定样品是否已作表面处理的试验方法

#### A.1 表面处理

用试剂对待测样品的内表面进行处理,以便获得一种脱碱表面,从而明显减少碱金属离子和碱土金属离子的析出。经表面处理的钠钙玻璃容器的耐水性等级会得到改善。

注:由钠钙硅玻璃制成的小玻璃瓶和普通玻璃瓶在生产过程中,如对内表面进行处理,则内表面的耐水性可得到显著提高。由硼硅酸盐玻璃管制成的安瓿通常不进行内表面处理,因为其具有良好的耐水性,这是由玻璃的化学成分决定的。

#### A.2 试验方法

如果必须确定一个玻璃容器是否已作表面处理,则应使用已试验过的试样进行比对。

##### A.2.1 步骤

用1份(体积)氢氟酸[ $c(\text{HF}) \approx 22 \text{ mol/L}$ (即 $\approx 400 \text{ g HF/L}$ 溶液)]和9份(体积)盐酸[ $c(\text{HCL}) = 2 \text{ mol/L}$ ]组成的混合物注入试样至满口容量。使已注满的样品在室温下静置10 min,然后非常小心地排空试样中的溶液。用蒸馏水(5.4)冲洗样品6次,然后按9.3和9.4的规定对样品进行试验。

注:氢氟酸具有极强的腐蚀性,即使是很小的量也会造成危及生命的伤害。

##### A.2.2 结果确定

按照侵蚀试验和重新测试后,如果试验结果显著高于侵蚀前的试验结果(约高5~10倍),则这些样品应认为经过表面处理。

---