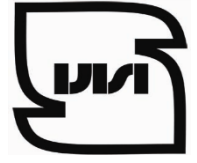




جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۳۹۵-۱

تجدیدنظر اول

۱۳۹۵

INSO
13955-1

1st. Revision
2017

Identical with
ISO 4802-1:2016

لوازم شیشه‌ای - تعیین مقاومت آبکافتی
سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای -
قسمت ۱: روش تیتراسیون و طبقه‌بندی

**Glassware- Determination Hydrolytic
resistance of the
interior surfaces of glass containers-
Part1:titration method and classification**

ICS: 71.040.20

استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۹۵۵ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۵

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«لوازم شیشه‌ای - تعیین مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای - قسمت ۱: روش تیتراسیون و طبقه‌بندی»

(تجدید نظر اول)

رئیس:

سمت و / محل اشتغال

سمیع قهفرخی، حمید
(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

مدیر آزمایشگاه - شرکت تولیدی داتیس

دبیر:

دایی جواد، حسین
(کارشناسی مهندسی متالورژی)

کارشناس مکانیک و فلزشناسی - اداره کل استاندارد استان چهارمحال و بختیاری

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسدی فارسانی، ایمان
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

مدرس - دانشگاه علمی کاربردی مرکز پیام شهرکرد

امیدی، مجتبی
(کارشناسی مهندسی مکانیک)

کارشناس اوزان و مقیاس‌ها - اداره کل استاندارد استان چهارمحال و بختیاری

ایرانی، بهنام
(کارشناس مهندسی مکانیک)

مدیر تولید - شرکت جام ایمن

جوقعلی، فریدون
(کارشناسی مهندسی مکانیک)

مدیر کنترل کیفیت - شرکت تولیدی داتیس

سمیع قهفرخی، حمید
(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

مدیر آزمایشگاه - شرکت داتیس

شیعه، محمد علی
(کارشناس مهندسی صنایع)

مدیر تولید - شرکت پرشیا جام

عالیقدر، محمود
(کارشناسی مهندسی مکانیک)

مدیر کنترل کیفیت خدمات پس از فروش - شرکت داتیس

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و / محل اشتغال

کارشناس آزمایشگاه- دانشگاه شهرکرد	عبدالهی، مهدی (کارشناسی مهندسی متالورژی)
کارشناس- پژوهشگاه مواد و انرژی	مالکی شهرکی، محمد (دکتری متالورژی)
کارشناس- مرکز آموزشی درمانی آیت اله کاشانی شهرکرد	مختاریان، اصغر (کارشناسی ارشد پرستاری)
کارشناس مسئول- مرکز آموزشی درمانی آیت اله کاشانی شهرکرد	نادری، علی اکبر (پزشک)
کارشناس کنترل کیفیت- شرکت جام ایمن	نجفی، یعقوب (کارشناسی مهندسی شیمی)
مدیر کل- استاندارد استان چهارمحال و بختیاری	نظری دهکردی، عبدالله (کارشناسی ارشد مهندسی صنایع)
عضو هیأت علمی- دانشگاه آزاد اسلامی واحد اردل	یدالهی، روح اله (کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)
رئیس اداره استاندارد شهرستان بروجرد- اداره کل استاندارد استان لرستان	شرفی، عنایت اله (کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

ویراستار

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
	پیش‌گفتار
	مقدمه
ح	
ط	
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۱-۳ آمپول
۲	۲-۳ بطری
۳	۳-۳ ظرفیت لبریز
۳	۴-۳ ظرف
۳	۵-۳ حجم پرشدن
۳	۶-۳ شیشه بروسیلیکات
۵	۷-۳ شیشه سودا-آهک-سیلیس
۵	۸-۳ اصلاح سطح
۵	۹-۳ ویال
۵	۴ اصول کلی
۶	۵ واکنشگرها
۶	۱-۵ آب آزمون
۶	۲-۵ اسید کلریدریک، محلول حجمی استاندارد
۶	۳-۵ اسید کلریدریک
۶	۴-۵ اسید هیدروفلوئوریک
۶	۵-۵ محلول معرف متیل رد
۶	۶-۵ آب شستشو
۷	۶ تجهیزات
۷	۱-۶ اتوکلاو یا سترون کردن با بخار
۷	۲-۶ بورت‌ها
۷	۳-۶ بالن حجمی
۸	۴-۶ پی‌پت‌ها
۸	۵-۶ حمام آب

صفحه	عنوان
۸	۶-۶ بشر
۸	۷ آماده‌سازی نمونه
۸	۱-۷ اندازه نمونه
۹	۲-۷ تعیین حجم پرشدن
۱۰	۸ روش اجرایی
۱۰	۱-۸ کلیات
۱۰	۲-۸ تمیز کردن نمونه
۱۱	۳-۸ پرکردن و گرم کردن
۱۲	۴-۸ تحلیل محلول‌های استخراجی
۱۳	۵-۸ آزمون برای تعیین اینکه ظروف اصلاح سطح شده‌اند
۱۳	۹ بیان نتایج
۱۳	۱-۹ تعیین
۱۳	۲-۹ طبقه‌بندی
۱۴	۳-۹ تمایز بین ظروف با مقاومت آبکافتی رده HC _T 1 و ظروف با مقاومت آبکافتی رده HC _T 2
۱۴	۴-۹ شناسه‌گذاری
۱۵	۱۰ گزارش آزمون
۱۵	۱۱ قابلیت تجدیدپذیری
۱۶	کتاب‌نامه

پیش گفتار

استاندارد «لوازم شیشه‌ای- مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای- قسمت ۱: تعیین به روش تیتراسیون و طبقه‌بندی» که نخستین بار در سال ۱۳۸۹ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در ششصد و پنجاه و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۱۳۹۵/۱۲/۱۵ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۹۵۵: سال ۱۳۸۹ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 4802-1:2016, Glassware-Hydrolytic resistance of the interior surfaces of glass containers-
Part1: Determination by titration method and classification.

این استاندارد براساس روش آزمونی است که توسط کمیسیون بین المللی شیشه (ICG)^۱، کمیته فنی ۲، تحلیل‌ها و دوام شیمیایی، برای اندازه‌گیری مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای، برقرار شده است.

کمیسیون دارونامه اروپا اصول تعیین مقاومت آبکافتی به وسیله تیتراسیون را قبول کرده و طبقه‌بندی را برای ظروف شیشه‌ای، جهت آماده‌سازی داروهای تزریقی لحاظ کرده است که در این استاندارد به آنها پرداخته خواهد شد. همچنین این استاندارد طبقه‌بندی را برای ظروف دیگری که در آماده‌سازی داروهای تزریقی به کار نمی‌روند، ارائه نموده است.

مطابق با بسیاری از آزمون‌های آزمایشگاهی، این استاندارد جزئیات بیشتری از شرایط آزمون نسبت به دارونامه اروپا جهت افزایش قابلیت تجدیدپذیری نتایج آزمون، مشخص کرده است. به ویژه، چرخه اتوکلاو که همراه با جزئیات آن تشریح شده است.

«این استاندارد یک قسمت از مجموعه استانداردهای ملی شماره ۱۳۹۵۵ است.»

سایر قسمت‌های مجموعه استانداردهای ملی ایران ۱۳۹۵۵ به شرح زیر می‌باشند:

- استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۹۵۵: سال ۱۳۹۵، لوازم شیشه‌ای - تعیین مقاومت آبکافتی سطوح داخلی

ظروف شیشه‌ای - قسمت ۲: روش طیف‌سنجی شعله و طبقه‌بندی

«لوازم شیشه‌ای - تعیین مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای - قسمت ۱»

روش تیتراسیون و طبقه بندی»

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد:

الف- تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای است، هنگامی که در دمای (121 ± 1) درجه سیلیسیوس به مدت (60 ± 1) دقیقه در تماس با آب قرار می‌گیرد. مقاومت آبکافتی، به روش تیتراسیون حجم مشخصی از محلول آزمون استخراج شده با این روش اسید کلریدریک اندازه‌گیری می‌شود به طوری که در این روش مقاومت نسبت عکس با حجم اسید مصرفی دارد.

ب- طبقه‌بندی ظروف شیشه‌ای براساس مقاومت آبکافتی سطوح داخلی، با روش‌های مشخص شده در این استاندارد ملی تعیین می‌شود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 385, Laboratory glassware — Burettes

یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱۹۵۶: سال ۱۳۸۶، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی - بورت‌ها - ویژگی‌ها با استفاده از استاندارد ISO 385: 2005 تدوین شده است.

2-2 ISO 648, Laboratory glassware — Single-volume pipettes

یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱۹۵۹: سال ۱۳۹۰، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی - پیپت‌های تک نشانه با استفاده از استاندارد ISO 648: 2008 تدوین شده است.

2-3 ISO 719, Glass — Hydrolytic resistance of glass grains at 98 degrees C — Method of test and classification

یادآوری - استاندارد ملی شماره ۷۷۸۳: سال ۱۳۸۳، شیشه - مقاومت آبکافتی دانه‌های شیشه در ۹۸ درجه سلسیوس - روش آزمون و طبقه‌بندی با استفاده از استاندارد ISO 719: 1985 تدوین شده است.

2-4 ISO 720, Glass — Hydrolytic resistance of glass grains at 121 degrees C — Method of test and classification

یادآوری - استاندارد ملی شماره ۷۷۸۴: سال ۱۳۸۳، شیشه - مقاومت آبکافتی دانه‌های شیشه در ۱۲۱ درجه سلسیوس - روش آزمون و طبقه‌بندی با استفاده از استاندارد ISO 720: 1985 تدوین شده است.

2-5 ISO 1773, Laboratory glassware — Narrow-necked boiling flasks

یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱۲۲۵۴: سال ۱۳۸۸، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی - بالن‌های جوش گردن باریک با استفاده از استاندارد ISO 1773: 1997 تدوین شده است.

2-6 ISO 3819, Laboratory glassware — Beakers

یادآوری - استاندارد ملی شماره ۸۲۵۷: سال ۱۳۸۴، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی - بشرها با استفاده از استاندارد ISO 3819: 1985 تدوین شده است.

2-7 ISO 9187-1, Injection equipment for medical use — Part 1: Ampoules for injectables

یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱-۱۸۰۰۶: سال ۱۳۹۲، وسایل تزریق برای مصارف پزشکی - قسمت ۱ - آمپول‌های حاوی محلول‌های تزریقی با استفاده از استاندارد ISO 9187-1:2010 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

آمپول

ampoule

ظرف کوچک و به طور معمول ته‌صاف، که دارای گلوئی با شکل‌های مختلف می‌باشد.
یادآوری - آمپول‌ها به طور معمول دارای دیواره نازک بوده و ظرفیتی تا ۳۰ میلی‌لیتر دارند. آمپول‌ها پس از پر شدن، به وسیله شعله درزبند^۱، بسته می‌شوند.

۲-۳

بطری

bottle

ظرف ته صاف ساخته شده از شیشه قالب‌ریزی شده است.
یادآوری - بطری‌ها به طور معمول دارای دیواره ضخیم و ظرفیتی بیشتر از ۵ میلی‌لیتر هستند. سطح مقطع آنها ممکن است دایره‌ای یا اشکال هندسی دیگر باشد. بطری‌ها با درپوش ساخته شده از مواد غیرشیشه‌ای درزبندی می‌شوند و درزبندی توسط شعله انجام نمی‌گیرد.

1 – Flame sealing

ظرفیت لبریز

brimful capacity

حجم آب موردنیاز برای پر کردن ظرفی که در جای صاف و سطح افقی قرار گرفته است.

۴-۳

ظرف

container

شیشه‌ی ساخته شده از شیشه که جهت بسته‌بندی اولیه به کار می‌رود و در تماس مستقیم با دارو قرار دارد.
مثال:

بطری، ویال، سرنگ، آمپول و کارتیج، به شکل ۱ مراجعه شود.

یادآوری - این ظروف از شیشه بوروسیلیکات یا سودا-آهک-سیلیس ساخته شده‌اند.

۵-۳

حجم پر شدن

filling volume

حجم معینی از آب که برای پر کردن نمونه موردنیاز است.

یادآوری - برای تعیین حجم پر شدن، به زیربند ۷-۲ مراجعه شود. حجم پر شدن، یک آزمون کمی ویژه است و برای مقایسه مجموعه ظروف از منابع و یا بهره‌های مختلف مورد استفاده قرار می‌گیرد. حجم پر شدن به حجم اسمی محصول ارتباطی ندارد.

۶-۳

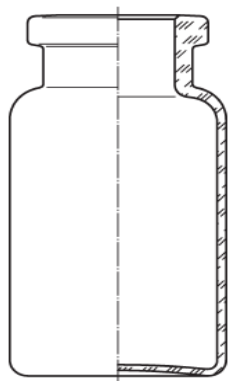
شیشه بوروسیلیکات

borosilicate glass

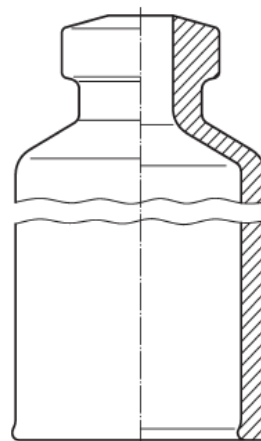
شیشه سیلیکاتی است که به دلیل دارا بودن مقدار زیاد اکسید بور، دارای مقاومت آبکافتی بالایی است.

یادآوری ۱- شیشه بوروسیلیکاتی به طور معمول حاوی کسر جرمی بین ۵٪ تا ۱۳٪ از اکسید بور است. همچنین این نوع شیشه ممکن است حاوی اکسید آلومینیوم و یا اکسید دیگر فلزات قلیایی خاکی باشد.

یادآوری ۲- شیشه خنثی، نوعی شیشه بوروسیلیکاتی است که دارای مقاومت آبکافتی و شوک حرارتی بالایی است. هنگامی که مطابق با استاندارد ملی ۷۷۸۴ آزمون شود، با الزامات رده HGA 1 مطابقت دارد. ظروف مناسب ساخته شده از این شیشه با مقاومت آبکافتی ظروف رده HC_T 1 این استاندارد ملی مطابقت دارد.



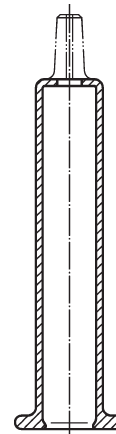
ب- مثالی از ویال تزریقی ساخته شده از لوله شیشه‌ای
(به استاندارد ISO 8362-1 مراجعه شود)



الف- مثالی از سیلندر شیشه‌ای برای تزریق کننده‌های قلمی
(به استاندارد ISO 13926-1 مراجعه شود)



ت- مثالی از آمپول قطع گلوئی بوسیله تنگ‌شدگی
(به استاندارد ISO 9187-1 مراجعه شود)



پ- مثالی از یک بارل شیشه‌ای
(به استاندارد ISO 11040-4 مراجعه شود)

شکل ۱- مثالی برای ظروف

۷-۳

شیشه سودا- آهک- سیلیس

soda-lime-silica glass

شیشه سیلیکاتی حاوی کسر جرمی حدود ۱۵٪ از اکسید فلزات قلیایی، به طور عمده اکسید سدیم و کسر جرمی حدود ۱۵٪ اکسید فلزات قلیایی خاکی، به طور عمده اکسید کلسیم است.
یادآوری- ظروف ساخته شده از این شیشه دارای مقاومت آبکافتی متوسطی است که از ترکیبات شیمیایی شیشه ناشی می‌شود و با مقاومت آبکافتی ظروف رده HC_T3 مطابقت دارد.

۸-۳

اصلاح سطح

surface treatment

به منظور دستیابی به سطح قلیازدایی شده و کاهش موثر آزادسازی یون‌های فلزات قلیایی (و قلیایی خاکی) سطح داخلی ظروف شیشه‌ای با معرف‌ها اصلاح می‌شود. یادآوری- برای مثال به منظور تغییر مقاومت آبکافتی ظروف شیشه سودا- آهک- سیلیس رده HC_T3، به ظروف با مقاومت آبکافتی رده HC_T2 از اصلاح سطح شیشه استفاده می‌شود. ظروف اصلاح شده پیش از استفاده آبکشی می‌شوند.

۹-۳

ویال

vial

ظرف کوچک و ته‌صاف، که از لوله یا شیشه قالب‌ریزی شده ساخته شده است. یادآوری- ویال‌ها به طور معمول دارای دیوار ضخیم و ظرفیتی تا ۱۰۰ میلی‌لیتر هستند. آنها به طور معمول با درپوش ساخته شده از مواد غیرشیشه‌ای درزبندی می‌شوند و درزبندی توسط شعله انجام نمی‌گیرد.

۴ اصول کلی

این روش آزمون، یک آزمون مربوط به سطح شیشه است که برای ظروف شیشه‌ای تولید شده و/یا تحلیل شده به کار می‌رود. ظروفی که باید مورد استفاده قرارگیرند با مقدار معین آب تا حجم مشخص پر می‌شوند. درپوش آنها شل بسته شده و سپس تحت شرایط مشخصی گرما داده می‌شوند. درجه تخریب آبکافتی از طریق تیتراسیون محلول‌های استخراجی اندازه‌گیری می‌شود.

۵ واکنشگرها

در طول آزمون به جز در مواردی که ذکر شود، فقط از واکنشگرهای با درجه تجزیه‌ای مشخص استفاده شود.

۱-۵ آب آزمون، آب آزمون را از آب مقطر (زیربند ۵-۶) که از طریق تقطیر چند مرحله‌ای ساخته شده است، آماده کنید. جهت حذف دی‌اکسیدکربن پیش از مصرف آن را به مدت حداقل ۱۵ دقیقه در یک بالن حجمی (زیربند ۳-۶) ساخته شده از شیشه سیلیکات یا سیلیکات بور، جوشانده و سپس خنک کنید. یادآوری ۱- می‌توان از روش‌های مناسب دیگر نیز استفاده کرد.

هنگام آزمون و فوراً پیش از مصرف، ۵۰ ml از آب آماده شده به روش فوق را در ۰/۰۵ ml محلول معرف متیل‌رد (زیربند ۵-۵) با pH، 0.1 ± 0.5 حل کنید، رنگ تولیدی باید نارنجی - قرمز (نه بنفش - قرمز) باشد. این آب همچنین ممکن است به عنوان محلول مرجع به کار رود (به زیربند ۸-۴ مراجعه شود). در دمای ۲۵ درجه سلسیوس و با استفاده از یک رساناسنج داخلی، رسانایی آب نباید از $1 \mu\text{S}/\text{cm}$ تجاوز کند. **یادآوری ۲-** این شرح بر اساس زیربند ۳-۲-۱ دارونامه اروپا مرجع [۱۲] کتاب‌نامه می‌باشد. در این دارونامه، آب آماده شده به روش فوق به عنوان آب R1 نشانه گذاری شده است. **یادآوری ۳-** آب درجه ۲ مطابق با استاندارد [۲] ISO3696 برای این آزمون مناسب است.

۲-۵ اسید کلریدریک، محلول حجمی استاندارد، ۰/۰۱ مول بر لیتر

۳-۵ اسید کلریدریک، محلول ۲ مول بر لیتر

۴-۵ اسید هیدروفلوئوریک، ۲۲ مول بر لیتر (به عنوان مثال ۴۰۰ گرم اسید هیدروفلوئوریک در یک لیتر از محلول)
هشدار- اسید هیدروفلوئوریک بسیار سمی بوده و خوردگی بالایی دارد. نکات ایمنی را مد نظر قرار دهید.

۵-۵ محلول معرف متیل‌رد، محلول معرف

۲۵ میلی‌گرم از محلول نمک سدیم متیل‌رد ($\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_2$) را در ۱۰۰ میلی‌لیتر از آب آزمون (به زیربند ۵-۱ مراجعه شود) حل کنید.

۶-۵ آب شستشو، آماده شده بوسیله تقطیر، از طریق تبادل یون، به وسیله نفوذ معکوس یا دیگر روش‌های مناسب، تا آب کیفیتی مشابه به آب آشامیدنی داشته باشد.
یادآوری ۱- به مقررات ملی یا محلی مربوط به آب مصرفی انسانی مراجعه شود.
یادآوری ۲- آب درجه ۳، مطابق با استاندارد ISO 3969 مناسب است.

یادآوری ۳- در زیربند ۳-۲-۱ دارونامه اروپا مرجع [۱۲] کتاب‌نامه، آب شرح داده شده فوق به عنوان آب R نشانه‌گذاری شده است.

۶ وسایل

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی، موارد بیان شده در زیربندهای ۶-۱ تا ۶-۶ نیز، نیاز است.

۱-۶ اتوکلاو یا سترون‌کننده با بخار، که قادر به تحمل فشار حداقل ۲۵۰ کیلوپاسکال (2.5 bar) و انجام چرخه گرمایی مشخص شده در زیربند ۸-۳ باشد. همچنین این دستگاه باید قادر باشد دما را در 1 ± 121 درجه سلسیوس ثابت نگه دارد و مجهز به یک دماسنج یا ترموکوپل ثبت‌کننده کالیبره شده، فشارسنج و شیر سماوری تخلیه^۱ بخار باشد.

1 - Vent-Cock

استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۹۵۵ (تجدید نظر اول) : سال ۱۳۹۵

در صورت لزوم، باید محفظه اتوکلاو و تجهیزات جانبی قبل از استفاده با آب آزمون به طور کامل تمیز شود، تا از آلودگی‌هایی که می‌تواند نتایج آزمون را تحت تاثیر قرار دهند، جلوگیری شود. اغلب مدل‌های جدید اتوکلاو، شیر سماوری تخلیه‌ای که بتواند به صورت دستی عمل کند، ندارند. کاربر به دستورالعمل کاربری و/یا توضیحات فنی ارائه شده توسط سازنده اتوکلاو، با در نظر گرفتن عملکرد عملیات تخلیه، ارجاع داده می‌شود. می‌توان از یک نمودار زمان/دما به عنوان نشانگر برای مرحله تخلیه مناسب استفاده کرد. در اتوکلاوهایی که از مولد بخار استفاده می‌کنند، لازم نیست دما در ۱۰۰ درجه سلسیوس و به مدت ۱۰ دقیقه نگه‌داشته شود.

۲-۶ بورت‌ها، دارای ظرفیت مناسب ۲ میلی‌لیتر، ۱۰ میلی‌لیتر، ۲۵ میلی‌لیتر یا ۵۰ میلی‌لیتر بوده و الزامات مشخص شده برای بورت‌های رده A در استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶ را برآورده می‌کنند و از شیشه با مقاومت آبکافتی دانه‌ای رده HGA 1 که مطابق با استاندارد ملی ایران شماره‌های ۷۷۸۳ و ۷۷۸۴^۱ مشخص شده است، ساخته شده‌اند.

ظرفیت بورت‌ها باید برحسب میزان اسیدکلریدریک مصرفی انتخاب شود. (به زیربند ۵-۲ مراجعه شود)

۳-۶ بالن حجمی، دارای ظرفیت‌های ۱۰۰ میلی‌لیتر و ۲۵۰ میلی‌لیتر و با الزامات بیان شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۲۵۴ مطابقت داشته باشد.

قبل از اولین استفاده، ابتدا باید هر بالن جدید را با آب شستشو (زیربند ۵-۶) پر کرد و در شرایط اتوکلاوی، یعنی دمای ۱۲۱ درجه سلسیوس به مدت حداقل یک ساعت قرار داد (به زیربند ۸-۳ مراجعه شود).

مهم - اگر قصد دارید از این بالن‌ها جهت مقاصد دیگری استفاده کنید قبل از استفاده مجدد براساس این استاندارد ملی، باید بالن‌ها به طور کامل تمیز شوند (برای مثال با استفاده از اسید کلریدریک و یا تمیز کردن توسط اتوکلاو آماده‌سازی شوند).

۴-۶ پیپت‌ها، دارای ظرفیت مناسب و با الزامات مشخص شده برای پیپت‌های رده A شرح داده شده در استاندارد ISO 648 مطابقت داشته باشد.

۵-۶ حمام آب، که قادر به گرم شدن تا دمای حدود ۸۰ درجه سلسیوس باشد.

۶-۶ بشر، با ظرفیت مناسب که با الزامات مشخص شده در استاندارد ملی شماره ۸۲۵۷ مطابقت داشته باشد.

۱- شیشه با مقاومت آبکافتی رده HGB-1 اندازه‌گیری شده مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۷۷۸۳ به طور مناسبی شرایط شیشه HGA 1 مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۷۷۸۴ را برآورده می‌کند.

پیش از اولین استفاده، و به منظور پیش اصلاح، هر بشر باید با آب شستشو (زیربند ۵-۵) پر شده و در دمای ۱۲۱ درجه سلسیوس برای حداقل یک ساعت اتوکلاو شود (به زیربند ۸-۳ مراجعه شود).

۷ آماده سازی نمونه

۱-۷ اندازه نمونه

تعداد ظروف مورد آزمون، به ظرفیت ظروف، حجم محلول استخراجی مورد نیاز برای یک تیتراسیون و تعداد نتایج تیتراسیون مورد نیاز بستگی دارد. این مورد باید مطابق با الزامات داده شده در جدول ۱ محاسبه شود.

جدول ۱- حجم ظروف، حجم محلول استخراجی و تعداد تیتراسیون نسبت به ظروف

تعداد تیتراسیون نسبت به ظروف	حجم محلول استخراجی برای یک تیتراسیون ml	حجم ظرف [حجم متناظر با حجم پر شدن (به زیربند ۲-۷ مراجعه شود)] ml
۱	۲۵٫۰	≤ 3
۲	۵۰٫۰	$3 < 30$
۲	۱۰۰٫۰	$30 < 100$
۳	۱۰۰٫۰	> 100

۲-۷ تعیین حجم پر شدن

۱-۲-۷ ظروف ته صاف با قطر دهانه کوچک تر یا مساوی ۲۰ میلی متر (به جز آمپول ها، سرنگ ها و آمپول های فشنگی)

شش ظرف (دارای حجم کوچک تر یا مساوی ۱۰۰ میلی لیتر) یا سه ظرف (دارای حجم بیشتر از ۱۰۰ میلی لیتر) را به طور تصادفی از میان بهر نمونه انتخاب کنید. هرگونه خاک و ضایعات بسته بندی را با تکان دادن ظرف از روی آن پاک کنید. اجازه دهید دمای ظروف خشک، به دمای اتاق برسد. هر ظرف خالی کوچک تر یا مساوی ۳۰ میلی لیتر را با دقت ۰٫۱ گرم و هر ظرف خالی بزرگ تر از ۳۰ میلی لیتر را با دقت ۰٫۱ گرم وزن کنید. ظرف را روی سطح افقی قرار دهید و آنها را با آب شستشو تا نزدیکی لبه پر کنید. از لبریز شدن و ایجاد حباب های هوا جلوگیری کنید. سطح مایع را با آب شستشو تا خط لبریز تنظیم کنید. باید سطح هلالی آب برابر با لبه بالایی قطر داخلی باشد.

هر ظرف خالی کوچک تر یا مساوی ۳۰ میلی لیتر را با دقت ۰٫۱ گرم و هر ظرف خالی بزرگ تر از ۳۰ میلی لیتر را با دقت ۰٫۱ گرم وزن کنید. جرم آب موجود در ظرف را بر حسب گرم محاسبه کنید.

استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۹۵۵ (تجدید نظر اول) : سال ۱۳۹۵

میانگین مقادیر به دست آمده از شش ظرف را محاسبه و نتیجه آن را برحسب میلی‌لیتر آب بیان کنید. این مقدار میانگین ظرفیت لبریزی ظروف است.

۹۰ درصد از میانگین ظرفیت لبریزی را تا یک رقم اعشار محاسبه کنید. این حجم، حجم پر شدن برای بهر نمونه خاص است.

۲-۲-۷ ظروف ته‌صاف با قطر خارجی بزرگ تر از ۲۰ میلی‌متر

مطابق روش توضیح داده شده در زیربند ۱-۲-۷ عمل کنید، اما هر ظرف را با یک درپوش تخت (برای اندازه‌گیری ظرفیت لبریزی بطری‌های کوچک و یا بطری‌های دیگر) ببوشانید. درپوش تخت باید از ماده سخت، بی اثر، شفاف، در شکل مناسب با یک سوراخ در مرکز آن به قطر تقریبی ۵ میلی‌متر ساخته شده باشد. درپوش تخت باید به اندازه کافی بزرگ باشد تا به راحتی بر روی سطح آب‌بندی ظروف قرار گرفته و آن را به طور کامل پوشش دهد تا ظرفیت لبریزی اندازه‌گیری شود.

۹۰ درصد از میانگین ظرفیت لبریزی را تا یک رقم اعشار محاسبه کنید. این حجم، حجم پر شدن برای بهر نمونه خاص است.

۳-۲-۷ ظروف ته‌گرد

شش ظرف (با ظرفیت کوچک‌تر یا مساوی ۱۰۰ میلی‌لیتر) یا سه ظرف (با ظرفیت بزرگ‌تر از ۱۰۰ میلی‌لیتر) را به طور تصادفی از بهر نمونه‌ها انتخاب کنید. هرگونه خاک و ضایعات بسته‌بندی را با تکان دادن ظرف، از روی آن پاک کنید. اجازه دهید دمای ظروف خشک به دمای اتاق برسد. هر ظرف را به طور عمودی در یک وسیله مناسب نگه داشته و ظرفیت لبریزی را مطابق با زیربند ۱-۲-۷ تعیین کنید.

۹۰ درصد از میانگین ظرفیت لبریزی را تا یک رقم اعشار محاسبه کنید. این حجم، حجم پر شدن برای بهر نمونه خاص است.

۴-۲-۷ ظروف لبه‌دار

نوار چسب پلاستیکی را دور لبه ظروف بپیچید به طوری که نوار دور آن، با لبه آن هم تراز باشد. ظروف را وزن و سپس پر کنید و دوباره مطابق زیربند ۱-۲-۷ دوباره وزن کنید.

۵-۲-۷ آمپول‌ها

حداقل شش آمپول خشک را روی یک سطح صاف و افقی قرار دهید و به وسیله بورت (زیربند ۲-۶) با آب شستشو (زیربند ۵-۶) تا سطح (نقطه هلال) h_6 مطابق استاندارد ISO 9187-1: 2010 در دمای اتاق پر کنید، تا جایی که به محل انحنای برسد (به شکل ۲ مراجعه شود). ظرفیت‌ها را تا دو رقم اعشار خوانده و میانگین مقادیر به دست آمده را محاسبه کنید.

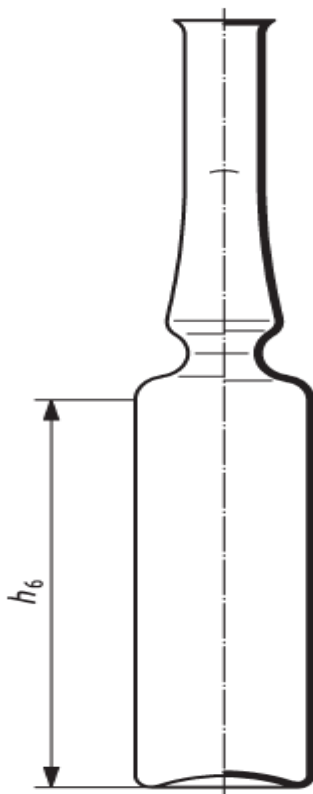
این حجم که تا یک رقم اعشار بیان شده، حجم پر شدن است و باید در همه آمپول‌های بهر یکسان باشد.

استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۹۵۵ (تجدید نظر اول) : سال ۱۳۹۵

یادآوری - همچنین حجم پر شدن را می‌توان از طریق وزن کردن تعیین کرد.

۶-۲-۷ سرنگ‌ها و کارتیج

شش سرنگ یا کارتیج را انتخاب کنید. دهانه کوچک آن‌ها (دهانه کارتیج و سوزن و/یا سر مخروطی سرنگ‌ها) را با استفاده از مواد بی اثر (مانند درپوش) ببندید. میانگین ظرفیت لبریزی را مطابق زیربند ۱-۲-۷ تعیین کنید. ۹۰ درصد از میانگین ظرفیت لبریزی را تا یک رقم اعشار محاسبه کنید. این حجم، حجم پر شدن است.



شکل ۲- حجم پر شدن آمپول‌ها (تا h_6)

۸ روش اجرایی

۱-۸ کلیات

این روش اجرایی باید در یک روز کاری به پایان برسد.

۲-۸ تمیز کردن نمونه‌ها

فرآیند تمیز کردن هر ظرف باید در طول ۲۰ تا ۳۰ دقیقه کامل شود.

هرگونه ضایعات بسته‌بندی یا گرد و خاک را که در زمان انبارش و انتقال جمع شده است، از نمونه‌های باز پاک کنید. کمی پیش از آزمون، هر نمونه را بطور کامل و حداقل دوبار با آب شستشو (زیربند ۵-۶) در دمای محیط بشویید، سپس نمونه‌ها را با آب شستشو (زیربند ۵-۶) پر کرده و اجازه دهید تا بماند. فوراً پیش از آزمون، نمونه‌ها را خالی کرده و یک بار با آب شستشو (زیربند ۵-۶) و سپس با آب آزمون (زیربند ۵-۱) آب‌کشی و تخلیه کنید. آمپول‌های بسته نباید قبل از آزمون آب‌کشی شود.

یادآوری- برای بازکردن با شعله، آمپول‌های بسته را می‌توان گرم کرد. به طور مثال، برای جلوگیری از تحت فشار بودن هنگام باز شدن، در حمام آب یا آون در دمای تقریبی ۴۰ درجه سلسیوس به مدت حدود ۲ دقیقه قبل از باز کردن، بالاتر از نقطه آب‌بندی را بریده یا بشکنید.

۳-۸ پرکردن و گرم کردن

هر ظرفی که اندازه نمونه آن مطابق زیربند ۷-۱ انتخاب و مطابق زیربند ۸-۲ تمیز شده است را تا حجم پر شدن با آب آزمون (زیربند ۵-۱)، با استفاده از وسایل اندازه‌گیری حجمی مناسب پر کنید.

هر ظرف، از قبیل آمپول‌ها، باید با یک ماده بی اثر به راحتی بسته شود. به طور مثال می‌توان بشر (زیربند ۶-۶) را به صورت وارونه به عنوان درپوش استفاده کرد، در این حالت باید اندازه آن به گونه‌ای باشد که کف داخلی بشر به راحتی روی نمونه قرار گیرد.

آمپول‌ها را به وسیله یک فویل فلزی (زیربند ۶-۷) تمیز بپوشانید. سرنگ‌ها و آمپول‌های فشنگی را در یک بشر قرار داده و بشر را با فویل فلزی (زیربند ۶-۷) تمیز بپوشانید.

اطمینان حاصل کنید که فویل فلزی، یون‌هایی که قابل اندازه‌گیری هستند را درون آب آزمون آزاد نمی‌کند. نمونه‌های حاوی آب شستشو (زیربند ۵-۶) را در دمای محیط، با یکدیگر به صورت گروهی در ظرف شیشه‌ای یا درون بشر، روی قفسه اتوکلاو (زیربند ۶-۱) قرار دهید. اطمینان حاصل کنید که نمونه‌ها در سطح بالاتر از سطح آب محفظه اتوکلاو قرار گرفته‌اند.

انتهای یک وسیله گرمایشی کالیبره شده را به یک ظرف آزمون پر شده از طریق یک سوراخ با قطر تقریبی برابر با قطر ترموکوپل وارد کنید. آن را به یک وسیله اندازه‌گیری خارجی متصل کنید. اگر ظرف به اندازه‌ای کوچک است که ترموکوپل را نتوان درون آن قرار داد، بهتر است از یک ترموکوپل مناسب برای این ظرف استفاده شود. در اتوکلاو را محکم بسته یا با احتیاط بپوشانید اما شیر سماوری تخلیه بخار باز بماند. ثبت کننده خودکار دما برحسب زمان و سیستم گرمایش اتوکلاو را روشن کنید. سرعت گرمایش را طوری تنظیم کنید که بخار پس از ۲۰ الی ۳۰ دقیقه از شیر سماوری تخلیه به شدت خارج شود. این وضعیت را برای بیش از ۱۰ دقیقه حفظ کنید. شیر سماوری تخلیه را بسته و دما را از ۱۰۰ درجه سلسیوس به ۱۲۱ درجه سلسیوس با نرخ ۱ درجه بر دقیقه در مدت ۲۰ دقیقه تا ۲۲ دقیقه افزایش دهید. سپس دما را در (1 ± 121) درجه سلسیوس برای (1 ± 60) دقیقه، از زمانی که به دمای ثابت رسید حفظ کنید. دما را تا ۱۰۰ درجه سلسیوس با نرخ ۰٫۵ درجه سلسیوس در دقیقه کاهش دهید. به منظور جلوگیری از ایجاد خلاء، بخار را در طی ۴۰ دقیقه تا ۴۴ دقیقه از محیط خارج کنید.

یادآوری ۱- برای اتوکلاوی که از مولد بخار استفاده می‌کند، نیازی به نگهداری دما در ۱۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۱۰ دقیقه نیست.

هشدار- به منظور بالا بردن ایمنی (تاخیر در جوشش)، درپوش اتوکلاو را قبل از رسیدن دما آب درون محفظه به ۹۵ درجه سلسیوس باز نکنید. نکات ایمنی راهنمای کاربر را مدنظر قرار دهید.

یادآوری ۲- تجربه نشان داده است که نرخ گرما دادن تا ۱۲۱ درجه سلسیوس، نگه داشتن دما در (1 ± 121) درجه سلسیوس، نرخ خنک کردن تا ۱۰۰ درجه سلسیوس بسیار مهم است. انحراف از شرایط مشخص شده می‌تواند نتایج متفاوتی ایجاد کند، تا جایی که نتایج را بی اعتبار کند.

نمونه‌های گرم را از اتوکلاو بیرون آورده و در مدت ۳۰ دقیقه تا رسیدن به دمای اتاق خنک کنید. تیتراسیون را بعد از خنک کردن نمونه‌ها آغاز کنید. در سرد کردن ظروف با ظرفیت بالا، باید مراقبت ویژه صورت گیرد، زیرا افت حرارتی بیش از ۴۰ درجه سلسیوس ممکن است به شوک گرمایی و شکست شیشه منجر شود.

۴-۸ تحلیل محلول‌های استخراجی

تیتراسیون را در مدت زمان یک ساعت پس از خروج ظروف از اتوکلاو انجام دهید. محلول‌های استخراجی ظروف مورد آزمون را (به جدول ۱ مراجعه شود) ترکیب کرده و مخلوط کنید. حجم را مطابق ستون ۲ از جدول ۱ درون یک بالن حجمی، معرفی کنید. هنگام خالی کردن آمپول‌هایی با تنه کوتاه، ممکن است بخشی از محلول استخراجی توسط دی‌اکسیدکربن (CO_2) هوا جذب و خنثی شود. برای جلوگیری از این مساله، آمپول‌ها را برگردانده و ته آنها را با شعله ملایم گرم کنید. اطمینان حاصل کنید که گازهای شعله محلول آزمون را آلوده نکند. در حالت محلول‌های استخراجی ترکیب شده در ظرف دارای ظرفیت کوچک تر یا مساوی ۳ میلی‌لیتر (به ستون ۲ جدول ۱ رجوع شود) را به وسیله پیپت با حجم ۲۵ میلی‌لیتری به یک بالن حجمی (زیربند ۶-۳) با ظرفیت ۱۰۰ میلی‌لیتری انتقال دهید. در حالت محلول‌های استخراجی ترکیب شده با ظروف دارای ظرفیت‌های بیشتر، حجم‌های موردنیاز (به ستون ۲ جدول ۱ مراجعه شود) را در بالن حجمی جداگانه (زیربند ۶-۳) با ظرفیت مناسب، بوسیله پیپت انتقال دهید.

محلول‌های مرجع (شاهد) را به وسیله انتقال حجم‌های آب آزمون (زیربند ۵-۱) برابر با مقدار آن‌هایی که از محلول‌های استخراجی گرفته شده به وسیله پیپت درون بالن حجمی که دارای حجمی متناسب با اندازه ظرفی که آزمایش می‌شوند، آماده کنید. دوقطره محلول معرف متیل‌رِد (زیربند ۵-۵) برای هر ۲۵ میلی‌لیتر از آب آزمون (زیربند ۵-۱) اضافه کنید و محلول شاهد را با اسید کلریدریک (زیربند ۵-۲) تا زمانی که به وضوح، تغییر رنگ مشهود رخ دهد، تیتراسیون کنید.

دوقطره محلول معرف متیل‌رِد (زیربند ۵-۵) به هر ۲۵ میلی‌لیتر از آب محلول استخراجی اضافه کنید و آن را با اسید کلریدریک (زیربند ۵-۲) تا زمانی که رنگ محلول دقیقاً مشابه رنگ محلول مرجع شود، تیتراسیون کنید. باید مقدار تیتراسیون کمتر از ۱/۰ میلی‌لیتر را تا دورقم اعشار و مقادیر تیتراسیون بزرگ‌تر یا مساوی ۱/۰ میلی‌لیتر را تا یک رقم اعشار بیان کرد.

یادآوری- همچنین می‌توان از تجهیزات تیتراسیون خودکار که نتایجی با همان دقت یا دقت بیشتر می‌دهد، استفاده کرد، به شرط این که آن‌ها به درستی کالیبره شده باشند.

۸-۵ آزمون برای تعیین اینکه ظروف، اصلاح سطح شده‌اند

یادآوری- مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ویال‌ها و بطری‌های ساخته شده از شیشه سودا-آهک-سیلیس در فرایند تولید می‌تواند به وسیله اصلاح این سطوح به طور قابل توجهی افزایش یابد. به طور معمول اصلاح سطح داخلی بر روی آمپول‌هایی که از بوروسیلیکات ساخته شده‌اند، صورت نمی‌گیرد، زیرا مقاومت شیمیایی بالای آن‌ها به جنس ترکیبات شیمیایی شیشه بستگی دارد (به بند ۳ مراجعه شود).

اگر شکی وجود داشته باشد که ظرفی اصلاح سطح شده و/یا در تمایز بین ظروف شیشه‌ای نوع I و II تردیدی وجود داشته باشد، ظروف شیشه‌ای استفاده نشده یا نمونه‌های ظروفی که قبلاً آزمون شده‌اند باید به کار رود. نمونه مورد آزمون را با مخلوط یک حجم اسید هیدروفلوئوریک (زیر بند ۵-۴) و نه حجم اسید کلریدریک (زیر بند ۵-۳) تا نقطه لبریزی پر کنید. نمونه‌های پر شده را به مدت ۱۰ دقیقه در دمای محیط نگه دارید. محلول را به دقت خالی کنید. نمونه‌ها را پنج‌بار با آب شستشو (زیر بند ۵-۶) و پس از آن حداقل یک‌بار دیگر با آب شستشو (زیر بند ۵-۶) آب‌کشی کنید. سپس نمونه‌ها را مطابق روش مشخص شده در زیربندهای ۸-۳ و ۸-۴ آزمون کنید.

هشدار- اسید هیدروفلوئوریک بسیار خورنده است. حتی مقدار بسیار کم آن می‌تواند باعث جراحت‌های شدید شود. نکات ایمنی را مدنظر قرار دهید.

اگر نتایج حاصل، به طور قابل توجهی بیشتر از مقادیر به دست آمده از سطوح اصلی باشد (حدود ۵ تا ۱۰ برابر)، نمونه‌ها باید به عنوان اصلاح سطح شده در نظر گرفته شود.

۹ بیان نتایج

۹-۱ تعیین

مقدار میانگین نتایج تیتراسیون را محاسبه کرده و آن را برحسب میلی‌لیتر محلول اسید کلریدریک (زیر بند ۵-۲) مصرفی به ازای ۱۰۰ میلی‌لیتر از محلول استخراجی بیان کنید. مقدار شاهد (به زیر بند ۸-۴ مراجعه شود)، باید در نظر گرفته شود.

۹-۲ طبقه‌بندی

هنگامی که مطابق زیربند ۸-۴ آزمون انجام شده و مطابق زیربند ۹-۱ تعیین شود، ظروف را مطابق با جدول ۲ و برحسب مصرف محلول اسید کلریدریک (زیر بند ۵-۲) طبقه‌بندی کنید.

۳-۹ تمایز بین ظروف با مقاومت آبکافتی رده HC_T1 و ظروف با مقاومت آبکافتی رده HC_T2

پس از تخریب و آزمون مجدد مطابق زیربند ۸-۵ ظروف با مقاومت آبکافتی رده HC_T1 باید الزاماتی که در جدول ۲ برای ظروف با مقاومت آبکافتی رده HC_T1 و HC_T2 بیان شده را برآورده کند. پس از تخریب و آزمون مجدد مطابق زیربند ۸-۵، ظروف با مقاومت آبکافتی رده HC_T2 باید مقادیری ایجاد کند که به صورت معنی‌داری بزرگ‌تر از مقادیری باشد که در ستون ۲ جدول ۲ داده شده است و نزدیک به مقادیر مقاومت آبکافتی ظروف رده HC_T3 در جدول ۲ باشد.

جدول ۲- حداکثر مقادیر مقاومت آبکافتی در آزمون سطح ظروف (روش تیتراسیون)

حداکثر مقادیر مصرفی محلول اسیدکلریدریک به ازای ۱۰۰ میلی‌لیتر از محلول استخراجی (زیربند ۵-۲) [مول بر لیتر $c(HCL)=0.01$] (برحسب میلی‌لیتر)				ظرفیت ظرف [حجم مربوط به حجم پر شدن (به زیربند ۷-۲ مراجعه شود)] میلی‌لیتر
رده HC_TD	رده HC_TB	رده HC_T2	رده HC_T1 و HC_T2	
۳۲۰	۴۰	۲۰۰	۲۰	≤ 1
۲۸۰	۳۶	۱۷۶	۱۸	$1 \leq 2$
۲۵۷	۳۲	۱۶۱	۱۶	$2 \leq 3$
۲۱۰	۲۶	۱۳۲	۱۳	$3 \leq 5$
۱۷۰	۲۰	۱۰۲	۱۰	$5 \leq 10$
۱۳۵	۱۶	۸۱	۰٫۸۰	$10 \leq 20$
۹۸	۱۲	۶۱	۰٫۶۰	$20 \leq 50$
۷۸	۱۰	۴۸	۰٫۵۰	$50 \leq 100$
۶۲	۰٫۸۰	۳۸	۰٫۴۰	$100 \leq 200$
۴۶	۰٫۶۰	۲۹	۰٫۳۰	$200 \leq 500$
۳۶	۰٫۴۰	۲۲	۰٫۲۰	> 500

۴-۹ شناسه‌گذاری

مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای که مطابق با این استاندارد ملی تعیین شده است باید به شکل زیر شناسه‌گذاری شود.

مثال:

شناسه‌گذاری برای ظرفی به حجم ۹ میلی‌لیتر با محلول اسیدکلریدریک مصرف شده به مقدار ۱/۶ میلی‌لیتر بر حسب ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول استخراجی باید به شرح ذیل باشد:

شیشه - مقاومت آبکافتی ظرف رده HC_TB - استاندارد ملی شماره ۱۳۹۵۵

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- ارجاع به این استاندارد ملی؛

ب- تعریف نمونه‌ها؛

پ- میانگین ظرفیت لبریزی نمونه‌ها (به جز آمپول‌ها)؛

ت- حجم پر شدن نمونه‌ها؛

ث- تعداد نمونه‌های استفاده شده جهت تیتراسیون؛

ج- مقدار میانگین تیتراسیون؛

چ- مقاومت آبکافتی ظرف رده HC_T (شناسه گذاری ظرف آزمون شده)؛

ح- برای ظروف با مقاومت آبکافتی رده HC_{T2} ، عبارت این که پس از تخریب سطح، آزمون تکرار شده است (به زیربند ۸-۵ مراجعه شود) و نتایج بدست آمده؛

خ- ذکر این عبارت که آیا آمپول‌های بسته مورد آزمون قرار گرفته‌اند؛

د- هرگونه موارد غیرمعمول که در طول تعیین یادداشت شده‌اند.

۱۱ تجدیدپذیری

دمای فرآیند شستشو و/یا دمای هنگام باز کردن اتوکلاو ممکن است تا حدودی بر نتایج درون آزمایشگاهی تأثیر بگذارد. همچنین بیشترین اختلاف در نتایج آزمایشگاهی در فرآیند اتوکلاو رخ می‌دهد و این به عنوان عامل مهم معرفی شده است. کالیبراسیون مناسب اتوکلاو و وسایل کنترل دما، کمک بزرگی به بهبود تجدیدپذیری می‌کند.^۱ برای این مواد، حجم محلول اسیدکلریدریک ۰/۰۱ مول بر لیتر موردنیاز برای تیتراسیون ۵۰ میلی‌لیتر محلول استخراجی برای ظروفی با حجم لبریزی ۱۸/۹ میلی لیتر برابر $(۳/۸ \pm ۰/۴)$ میلی لیتر است. در جایی که عدم قطعیت، عدم قطعیت بسط یافته با فاکتور پوششی $K=2$ مطابق با سطح اطمینان ۹۵٪ است. به علاوه جهت بهبود تجدیدپذیری نیاز است آزمون در سطوح غلظت متفاوتی از شیشه‌های مختلف، صورت گیرد. برای کسب اطلاعات بیشتر به منابع [۱۴] و [۱۵] کتابنامه مراجعه شود.

۱- برای استانداردسازی روش اجرایی آزمون، مواد مرجع تایید شده ^[13] IRMM 435 در انجمن مواد و اندازه‌گیری‌های مرجع مرکز تحقیقات مشترک اروپایی در شهر جیل واقع در بلژیک، در دسترس است.

کتابنامه

- [1] ISO 3585, Borosilicate glass 3.3 — Properties
یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱۷۲۶۳: سال ۱۳۹۲، ظروف شیشه‌ای غذاخوری بوروسیلیکاتی مقاوم در برابر شوک حرارتی - ویژگی‌ها با استفاده از استاندارد ISO 3585: 1998 تدوین شده است.
- [2] ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods
یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱۸۵۸۶: سال ۱۳۹۳، اپتیک و تجهیزات اپتیکی - تابش پراکنده شده بوسیله اجزای اپتیکی - روش‌های آزمون با استفاده از استاندارد ISO 3696: 2002 تدوین شده است.
- [3] ISO 8362-1, Injection containers and accessories — Part 1: Injection vials made of glass tubing
یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱-۹۴۲۷: سال ۱۳۹۲، ظروف و لوازم تزریق - قسمت ۱: ویال‌های تزریق ساخته شده از لوله شیشه‌ای با استفاده از استاندارد ISO 8362-1: 2009 تدوین شده است.
- [4] ISO 8362-4, Injection containers and accessories — Part 4: Injection vials made of moulded glass
یادآوری - استاندارد ملی شماره ۴-۹۴۲۷: سال ۱۳۹۲، ظروف و لوازم تزریق - قسمت ۴- ویال‌های تزریق ساخته شده از شیشه قالب ریزی شده با استفاده از استاندارد ISO 8362-4: 2011 تدوین شده است.
- [5] ISO 8536-1, Infusion equipment for medical use — Part 1: Infusion glass bottles
یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱-۸۳۵۷: سال ۱۳۹۳، وسایل تزریق برای مصارف پزشکی - قسمت ۱- بطری‌های شیشه‌ای تزریق با استفاده از استاندارد ISO 8536-1: 2011 تدوین شده است.
- [6] ISO 13926-1, Pen systems — Part 1: Glass cylinders for pen-injectors for medical use
یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱-۱۴۲۵۷: سال ۱۳۹۰، سیستم‌های قلمی - قسمت ۱- سیلندرهای شیشه‌ای برای تزریق کننده‌های قلمی مورد استفاده در پزشکی با استفاده از استاندارد ISO 13926-1: 2011 تدوین شده است.
- [7] ISO 11040-1, Prefilled syringes — Part 1: Glass cylinders for dental local anaesthetic cartridges
- [8] ISO 11040-4, Prefilled syringes — Part 4: Glass barrels for injectables and sterilized subassembled syringes ready for filling
- [9] ISO 11418-1, Containers and accessories for pharmaceutical preparations — Part 1: Drop-dispensing glass bottles
یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱-۴۴: سال ۱۳۸۴، ظروف و لوازم برای فرآورده‌های دارویی - قسمت ۱- بطری‌های شیشه‌ای قطره چکان با استفاده از استاندارد ISO 11418-1: 2005 تدوین شده است.
- [10] ISO 11418-4, Containers and accessories for pharmaceutical preparations — Part 4: Tablet glass bottles
یادآوری - استاندارد ملی شماره ۴-۴۴: سال ۱۳۸۸، ظروف و لوازم جانبی برای آماده‌سازی دارویی - قسمت ۴- بطری‌های شیشه‌ای قرص با استفاده از استاندارد ISO 11418-4: 2005 تدوین شده است.

- [11] ISO 11418-7, Containers and accessories for pharmaceutical preparations — Part 7: Screw-neck vials made of glass tubing for liquid dosage forms
یادآوری - استاندارد ملی شماره ۷-۴۴: سال ۱۳۸۴، ظروف و لوازم فراروده‌های دارویی-قسمت ۷- ویال‌های سرپیچ‌دار ساخته شده از لوله‌های شیشه‌ای برای مصارف دارویی مایع- ویژگی‌ها با استفاده از استاندارد ISO 11418-7: 1998 تدوین شده است.
- [12] European Pharmacopoeia. 3.2.1 Glass containers for pharmaceutical use
<http://www.edqm.eu/>
- [13] Certified Reference Material I.R.M.M. 435, Institute for Reference Materials and Measurements, Retieseweg 111, B-2440 Geel, Belgium, <http://www.irmm.jrc.be/>
- [14] ICG/TC2. Influence of some parameters on the approximation of European Pharmacopoeia and ISO Standard 4802: Reasons for harmonisation. Glass Technol. 2000, 41 (8)
- [15] http://www.irmm.jrc.be/html/reference_materials_catalogue/catalogue/attachements/IRMM-435_cert.pdf