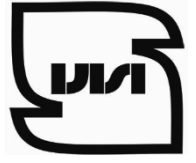




جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۳۹۵-۲

تجدید نظر اول

۱۳۹۵

INSO  
13955-2

1st. Revision  
2017

Identical with  
ISO 4802-2:2016

لوازم شیشه‌ای - تعیین مقاومت آبکافتی سطوح  
داخلی ظروف شیشه‌ای -

قسمت ۲: روش طیف‌سنجی شعله و طبقه‌بندی

**Glassware-Determination Hydrolytic  
resistance of the interior surfaces of glass  
containers-  
Part2:flame spectrometry and classification**

ICS: 71.040.20

استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۳۹۵۵ (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: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

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](mailto: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](mailto:standard@isiri.org.ir)

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

به نام خدا

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 استاندارداکلاسی ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود 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، مصرف کنندگان، صادرکنندگان، وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استاندارداکلاسی ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود 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 می شود.

پیش نویس استاندارداکلاسی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود بدین ترتیب، استاندارداکلاسی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup> کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استاندارداکلاسی ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استاندارداکلاسی بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استاندارداکلاسی ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استاندارداکلاسی ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International organization for Standardization

2 - International Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«لوازم شیشه‌ای - تعیین مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای - قسمت ۲: روش طیف‌سنجی

شعله و طبقه‌بندی»

(تجدید نظر اول)

رئیس:

سمت و / محل اشتغال

سمیع قهفرخی، حمید

مدیر آزمایشگاه - شرکت تولیدی داتیس

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

دبیر:

دایی جواد، حسین

کارشناس مکانیک و فلزشناسی - اداره کل استاندارد استان چهارمحال و

بختیاری

(کارشناسی مهندسی متالورژی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسدی فارسانی، ایمان

مدرس - دانشگاه علمی کاربردی مرکز پیام شهرکرد

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

امیدی، مجتبی

کارشناس اوزان و مقیاس‌ها - اداره کل استاندارد استان چهارمحال و

بختیاری

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

ایرانی، بهنام

مدیر تولید - شرکت جام ایمن

(کارشناس مهندسی مکانیک)

جوعلی، فریدون

مدیر کنترل کیفیت - شرکت تولیدی داتیس

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

سمیع قهفرخی، حمید

مدیر آزمایشگاه - شرکت تولیدی داتیس

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

شیعه، محمد علی

مدیر تولید - شرکت پرشیا جام

(کارشناس مهندسی صنایع)

عالیقدر، محمود

مدیر کنترل کیفیت خدمات پس از فروش - شرکت تولیدی داتیس

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

**اعضا:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

**سمت و / محل اشتغال**

عبدالهی، مهدی (کارشناسی مهندسی متالورژی)	مسئول آزمایشگاه - دانشگاه شهرکرد
مالکی شهرکی، محمد (دکتری متالورژی)	کارشناس - پژوهشگاه مواد و انرژی
مختاریان، اصغر (کارشناسی ارشد پرستاری)	کارشناس - مرکز آموزشی درمانی آیت اله کاشانی شهرکرد
نادری، علی اکبر (پزشک)	کارشناس مسئول - مرکز آموزشی درمانی آیت اله کاشانی شهرکرد
نظری دهکردی، عبدالله (کارشناسی مهندسی صنایع)	مدیر کل - استاندارد استان چهارمحال و بختیاری
<b>ویراستار</b>	
شرفی، عنایت اله (کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)	رئیس اداره استاندارد شهرستان بروجرد - اداره کل استاندارد استان لرستان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
ط	مقدمه
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
۶	۳-۵ اسید کلریدریک
۶	۴-۵ اسید هیدروفلوئوریک
۶	۵-۵ آب شستشو
۷	۶-۵ محلول بافر طیف‌سنجی شیمیایی
۷	۷-۵ محلول ذخیره
۷	۸-۵ محلول‌های استاندارد
۷	۹-۵ محلول‌های مرجع
۸	۶ تجهیزات
۸	۱-۶ اتوکلاو یا سترون کننده با بخار
۸	۲-۶ بورت‌ها
۸	۳-۶ بالن حجمی تک نشانه

صفحه	عنوان
۹	۴-۶ حمام آب
۹	۵-۶ دستگاه جذب اتمی شعله (FAAS) یا نشر اتمی شعله (FAES)
۹	۶-۶ بشرها
۹	۷-۶ فویل فلزی
۹	۷ آماده‌سازی نمونه
۹	۱-۷ اندازه نمونه
۹	۲-۷ تعیین حجم پرشدن
۱۲	۸ روش اجرایی
۱۲	۱-۸ کلیات
۱۲	۲-۸ تمیز کردن نمونه
۱۲	۳-۸ پرکردن و گرم کردن
۱۳	۴-۸ تحلیل محلول‌های استخراجی
۱۵	۵-۸ آزمون برای تعیین اینکه ظروف اصلاح شده‌اند
۱۵	۹ بیان نتایج
۱۵	۱-۹ تعیین
۱۷	۲-۹ طبقه‌بندی
۱۷	۳-۹ تمایز بین ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس 1 $HC_F$ و ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس $HC_F$
	2
۱۸	۴-۹ شناسه‌گذاری
۱۸	۱۰ گزارش آزمون
۱۹	۱۱ قابلیت تجدیدپذیری
۲۰	کتاب‌نامه

## پیش گفتار

استاندارد «لوازم شیشه‌ای- تعیین مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای- قسمت ۲: روش طیف‌سنجی شعله 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 استاندارد کلاسای 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 هیئت 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.

استاندارد کلاسای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استاندارد کلاسای 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، استاندارد کلاسای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استاندارد ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استاندارد کلاسای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۳۹۵۵: 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 4802-2:2016, Glassware-Hydrolytic resistance of the interior surfaces of glass containers\_part2: Determination by flame spectrometry and classification.



#### مقدمه

این استاندارد مبتنی بر روش آزمون تأیید شده توسط کمیسیون بین المللی شیشه (ICG)<sup>۱</sup>، کمیته فنی ۲، پایداری و تحلیل شیمیایی برای اندازه‌گیری مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای است.

این استاندارد شامل یک روش طبقه‌بندی است که با طبقه‌بندی ارائه شده در استاندارد ملی ۱-۱۳۹۵۵ برای روش عیارسنجی، مرتبط بوده اما معادل نیست.

«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 ۱-۱۳۹۵۵: سال ۱۳۹۵، لوازم شیشه‌ای - تعیین مقاومت آبکافتی سطوح داخلی

ظروف شیشه‌ای - قسمت ۱: روش تیتراسیون و طبقه‌بندی



## لوازم شیشه‌ای - تعیین مقاومت آبکافتی سطوح داخلی ظروف شیشه‌ای - قسمت ۲: روش طیف‌سنجی شعله و طبقه‌بندی

### 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  $(121 \pm 1)$  درجه سلسیوس به مدت  $(60 \pm 1)$  دقیقه در تماس با آب قرار گیرد. این مقاومت از طریق تعیین مقدار اکسید سدیم و دیگر فلزات قلیایی یا قلیایی خاکی در محلول استخراجی، با استفاده از طیف‌سنجی نشر اتمی یا جذب اتمی شعله اندازه‌گیری می‌شود.

ب- طبقه‌بندی ظروف شیشه‌ای بر اساس مقاومت آبکافتی سطوح داخلی که توسط روش مشخص شده در این استاندارد، تعیین می‌شود.

روش آزمون مشخص شده در این استاندارد برای ظروفی که سطح آن‌ها با سیلیکون پوشیده شده است کاربرد ندارد (به عنوان مثال ظروفی که برای پر کردن مستقیم آماده هستند).

### ۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور 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 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.

### 2-3 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.

### 2-4 ISO 1042, Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks

یادآوری - استاندارد ملی شماره ۷۵۲۰: سال ۱۳۸۳، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی - بالن‌های حجم‌سنجی با یک خط نشانه - ویژگی‌ها با استفاده از استاندارد ISO 1042:1998 تدوین شده است.

### 2-5 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.

### 2-6 ISO 9187-1, Injection equipment for medical use — Part 1: Ampoules for injectables

یادآوری - استاندارد ملی شماره ۱۸۰۰۶-۱: 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

ظروف کوچک و به طور معمول ته صاف، که دارای گلوئی با شکل‌های مختلف می‌باشد.

یادآوری - آمپول‌ها به طور معمول دارای دیواره نازک و ظرفیتی تا ۳۰ میلی‌لیتر دارند. آمپول‌ها پس از پر شدن، بوسیله شعله درزبند<sup>۱</sup>، بسته می‌شوند.

۲-۳

### بطری

#### bottle

ظرف ته‌صاف، که از شیشه قالب‌ریزی شده ساخته شده است.

---

1- Sealing

استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۳۹۵۵ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۵

**یادآوری-** بطری‌ها به طور معمول دارای دیواره ضخیم و ظرفیتی بیشتر از ۵ میلی‌لیتر دارند. سطح مقطع آن‌ها ممکن است دایره‌ای یا اشکال هندسی دیگر باشد. بطری‌ها با درپوش ساخته شده از مواد غیر شیشه‌ای درز بندی می‌شوند و درز بندی توسط شعله انجام نمی‌شود.

۳-۳

### ظرفیت لبریز

#### brimful capacity

حجم آب مورد نیاز برای پر کردن ظرف که در جای صاف و سطح افقی قرار گرفته است.

۴-۳

### ظرف

#### container

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

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

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

۵-۳

### حجم پرشدن

#### filling volume

حجم معینی از آب که برای پر کردن نمونه مورد نیاز است.

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

۶-۳

### شیشه بوروسیلیکات

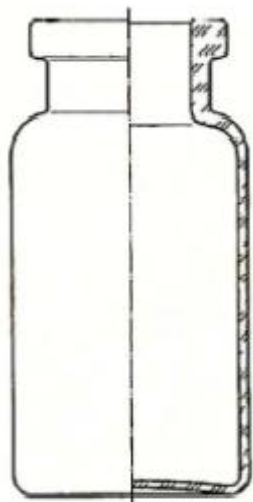
#### borosilicate glass

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

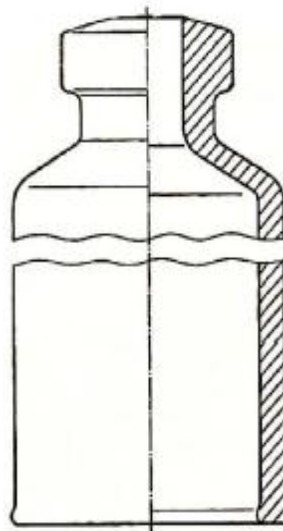
**یادآوری-۱** شیشه بوروسیلیکاتی به طور معمول حاوی کسر جرمی بین ۵٪ تا ۱۳٪ از اکسیدبور است. همچنین این نوع شیشه ممکن است حاوی اکسید آلومینیم و/یا اکسید دیگر فلزات قلیایی خاکی باشد.

استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۳۹۵۵ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۵

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 کلاس 1 HGA مطابقت دارد. ظروف مناسب ساخته شده از این نوع شیشه با مقاومت آبکافتی ظروف کلاس 1 HC<sub>F</sub> این استاندارد ملی مطابقت دارد.



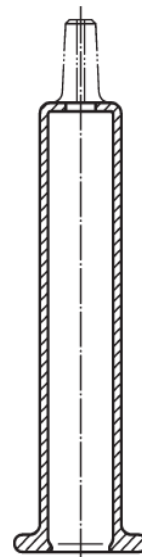
ب- مثالی از ویال تزریقی ساخته شده از لوله شیشه‌ای  
(به استاندارد ISO 8362-1 مراجعه شود)



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

### 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 کلاس 3 HC<sub>F</sub> مطابقت دارد.

### 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 ظروف شیشه سودا-آهک-سیلیس کلاس 3 HC<sub>F</sub>، به ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس 2 HC<sub>F</sub>، از اصلاح سطح شیشه استفاده می‌شود. ظروف اصلاح سطح شده پیش از استفاده آبکشی می‌شوند.

### ویال

#### vial

ظرف کوچک و ته صاف، 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 غیر شیشه‌ای درزبندی می‌شوند و درزبندی توسط شعله انجام نمی‌شوند.

### ۴ اصول کلی

این روش آزمون، یک آزمون مربوط به سطح شیشه است که برای ظروف شیشه‌ای تولیدی و/یا تحلیل شده به کار می‌رود.

ظروفی که باید مورد آزمون قرار گیرند 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 به وسیله تجزیه طیف‌سنجی شعله محلول‌های استخراجی اندازه‌گیری می‌شوند.

## ۵ واکنشگرها

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

۱-۵ آب آزمون، باید به صورت زیر آماده‌سازی شود:

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 میلی‌لیتر از آب آماده شده به روش فوق را در ۰٫۰۵ میلی‌لیتر محلول معرف متیل‌رد (زیربند ۵-۵) با pH  $0.1 \pm 5.5$  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 ۳ مطابق با استاندارد [2] ISO 3696 برای این آزمون مناسب است.

۲-۵ اسید کلریدریک، محلول ۲ مول بر لیتر

۳-۵ اسید کلریدریک، محلول ۶ 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 مدنظر قرار دهید.

۵-۵ آب شستشو، آماده شده بوسیله تقطیر، از طریق تبادل یون، بوسیله 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.



استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۳۹۵۵ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۵

#### ۶-۵ محلول بافر طیف‌سنجی شیمیایی (محلول کلرید سزیم CsCl)

۸۰ گرم از کلرید سزیم را در مقدار تقریبی ۳۰۰ میلی‌متر از آب آزمون (زیربند ۵-۱) حل کنید، ۱۰ میلی‌متر اسید کلریدریک (زیربند ۵-۳) به آن اضافه ککلاس و به بالن حجمی (زیربند ۶-۳) ۱۰۰۰ میلی‌متری منتقل کنید و با آب آزمون (زیربند ۵-۱) تا خط نشانه به پر ککلاس و مخلوط کنید.

#### ۷-۵ محلول ذخیره

۱-۷-۵ کلرید سدیم، کلرید پتاسیم و کربنات کلسیم را در دمای  $(\pm 10)$  درجه سلسیوس به مدت دو ساعت خشک کنید. محلول‌های ذخیره آبی را با استفاده از آب آزمون (زیربند ۵-۱)، به طور مستقیم از کلریدها و کربنات کلسیم بعد از حل کردن در کمترین مقدار اسید کلریدریک آماده کنید، به طوری که همه محلول‌ها دارای غلظت ۱ میلی‌گرم بر میلی‌لیتر، از مجموع اکسید سدیم، اکسید پتاسیم و اکسید کلسیم باشند.

۲-۷-۵ محلول‌های استاندارد تجاری قابل دسترس نیز مورد استفاده قرار می‌گیرند.

#### ۸-۵ محلول‌های استاندارد

۱-۸-۵ محلول‌های استاندارد را با رقیق کردن محلول‌های ذخیره (زیربند ۵-۷)، با استفاده از آب آزمون (زیربند ۵-۱) آماده‌سازی کنید، تا غلظت مناسب برای تهیه محلول‌های مرجع به شیوه مناسب به دست آید. به عنوان مثال به ترتیب با غلظت ۲۰ میکروگرم بر میلی‌لیتر از اکسید سدیم، اکسید پتاسیم و اکسید کلسیم.

۲-۸-۵ محلول‌های استاندارد تجاری قابل دسترس نیز مورد استفاده قرار می‌گیرند.

#### ۹-۵ محلول‌های مرجع

محلول‌های مرجع برای رسم نمودار کالیبراسیون (مجموعه‌ای از محلول‌های کالیبراسیون) باید آماده شود. این کار با رقیق کردن غلظت مناسب محلول‌های استاندارد (زیربند ۵-۸) با آب آزمون (زیربند ۵-۱) انجام می‌شود. این محلول‌ها باید گستره کاری بهینه‌ای از عنصرهای خاص را با توجه به وسیله‌ای که برای اندازه‌گیری استفاده می‌شود، پوشش دهند. گستره نوعی غلظت برای محلول‌های مرجع عبارتند از:

- برای تعیین اکسید سدیم و اکسید پتاسیم به وسیله طیف‌سنجی نشر اتمی شعله (FAES) حداکثر تا ۱۰ میکروگرم بر میلی‌لیتر؛

- برای تعیین اکسید سدیم و اکسید پتاسیم به وسیله طیف‌سنجی جذب اتمی شعله (FAAS) حداکثر تا ۳ میکروگرم بر میلی‌لیتر؛

- برای تعیین اکسید کلسیم به وسیله طیف‌سنجی جذب اتمی شعله (FAAS) حد اکثر تا ۷ میکروگرم بر میلی‌لیتر؛

برای اندازه‌گیری مقاومت آبکافتی ظروف کلاس‌های  $HC_F 1$ ،  $HC_F 2$  یا  $HC_F B$  (شیشه‌های بوریلیکات یا شیشه‌های با مقاومت بالا)، محلول‌های مرجع باید بدون اضافه کردن محلول بافر طیف‌سنجی شیمیایی (زیربند ۵-۶) استفاده شوند.

توصیه می‌شود هنگام آزمون با اهداف داوری، محلول بافر طیف‌سنجی نیز به این کلاس‌های ظرف اضافه شود. برای اندازه‌گیری ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس‌های  $HC_F 3$  یا  $HC_F D$  (شیشه‌های سودا-آهک-سیلیس) محلول‌های مرجع باید حاوی کسر حجمی ۵٪ (V/V) از محلول بافر طیف‌سنجی شیمیایی باشد.

## ۶ وسایل

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی، موارد بیان شده در زیربندهای ۶-۱ تا ۶-۶ نیز نیاز است. ۶-۱ اتوکلاو یا سترون‌کننده با بخار، که قادر به تحمل فشار حداقل ۲۵۰ کیلوپاسکال (۲٫۵ bar) و انجام چرخه گرمایی مشخص شده در زیربند ۸-۳ باشد. همچنین این دستگاه باید قادر باشد دما را در  $121 \pm 1$  درجه سلسیوس ثابت نگه دارد و مجهز یک دماسنج یا ترموکوپل ثبت‌کننده کالیبره شده، فشارسنج و شیر سماوری تخلیه<sup>۱</sup> بخار می‌باشد.

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 تأثیر قرار دهند، جلوگیری شود.

اغلب مدل‌های اخیر اتوکلاو، شیر سماوری تخلیه‌ای که بتواند به صورت دستی عمل کند، ندارند. کاربر به دستورالعمل کاربری و/یا توضیحات فنی فراهم 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.

۶-۲ بورت‌ها، دارای ظرفیت‌های مناسب مطابق با روش اجرای تحلیلی مورد استفاده بوده و الزامات مشخص شده برای بورت‌های کلاس A در استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶ را برآوکلاس می‌کنند و از شیشه با مقاومت آبکافتی دانه‌ای کلاس HGA 1 که مطابق با استاندارد ملی ایران شماره‌های ۷۷۸۳ و ۷۷۸۴<sup>۲</sup> مشخص شده است، ساخته شده‌اند.

۶-۳ بالن حجمی تک‌نشانه، با ظرفیت ۱۰۰۰ میلی‌لیتر و مطابق با الزامات بیان شده برای بالن حجمی تک‌نشانه کلاس A در استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۲۵۴ باشد.

1- Vent-Cock

۲- شیشه با مقاومت آبکافتی کلاس 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 برآوکلاس می‌کند.

استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۳۹۵۵ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۵

۴-۶ حمام آب، که قادر به گرم شدن تا دمای حدود ۸۰ درجه سلسیوس باشد.

۵-۶ دستگاه جذب اتمی شعله (FAAS) یا نشر اتمی شعله (FAES)

دستگاه‌های FAAS باید مجهز به منبع خطی سدیم، پتاسیم و کلسیم باشند؛ این دستگاه‌ها باید مجهز به تامین کننده گاز هوا/پروپان یا هوا/استیلن و مشعل‌هایی برای اندازه‌گیری سدیم و پتاسیم و تامین کننده گاز نیتروس اکساید/استیلن و مشعلی برای اندازه‌گیری کلسیم باشند.

دستگاه‌های FAES باید مجهز به تامین کننده گاز هوا/ پروپان یا هوا/ استیلن و مشعل‌هایی برای اندازه‌گیری سدیم و پتاسیم باشد.

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

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).

۷-۶ فویل فلزی، به عنوان مثال فویل ساخته شده از آلومینیوم یا فولاد ضدزنگ.

## ۷ آماده‌سازی نمونه

### ۱-۷ اندازه نمونه

برای هر ظرفیت ظرفی که باید آزمون شود، تعداد ظرفی که به طور مستقل باید مورد آزمون قرار گیرند در جدول ۱ مشخص شده است.

جدول ۱- تعداد ظروف برای تعیین مقاومت آبکافتی به روش طیف سنجی شعله

ظروف اضافی برای تحلیل‌های اولیه مورد نظر (زیربند ۸-۴-۲-۱)	تعداد ظرفی که به صورت مجزا باید مورد آزمون قرار گیرد	حجم ظرفیت [حجم متناظر با حجم پر شدن (به بند ۲-۷ مراجعه شود)] ml
۲	۲۰	$\leq 2$
۲	۱۵	$2 < \leq 5$
۲	۱۰	$5 < \leq 30$
۱	۵	$30 < \leq 100$
۱	۳	$> 100$

### ۲-۷ تعیین حجم پر شدن

۱-۲-۷ ظروف ته صاف با قطر دهانه کوچک‌تر یا مساوی ۲۰ میلی‌لیتر (به جز آمپول‌ها، سرنگ‌ها و کارتیج)

شش ظرف (با حجم کوچک‌تر یا مساوی  $100\text{ mm}$ ) یا سه ظرف (با حجم بزرگ‌تر از  $100\text{ mm}$ ) را به طور تصادفی از میان محموله نمونه 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 برسند. هر ظرف خالی کوچک‌تر یا مساوی  $30\text{ mm}$  را با دقت  $0.1\text{ gr}$  و هر ظرف بزرگ‌تر از  $30\text{ mm}$  را با دقت  $0.1\text{ gr}$  وزن کنید. ظروف را روی سطح افقی قرار دهید و آنها را با آب شستشو (زیربند ۵-۵) تا نزدیکی لبه پر کنید. از لبریز شدن و ایجاد حباب‌های هوا جلوگیری کنید. سطح مایع را با آب شستشو (زیربند ۵-۵) تا خط لبریز تنظیم کنید. هلال باید برابر با لبه بالایی دهانه داخلی باشد. هر ظرف پر کوچک‌تر یا مساوی  $30\text{ mm}$  را با دقت  $0.1\text{ gr}$  و هر ظرف بزرگ‌تر از  $30\text{ mm}$  را با دقت  $0.1\text{ gr}$  وزن کنید. جرم آب موجود در ظرف را بر حسب گرم محاسبه کنید. میانگین مقادیر به دست آمده از شش ظرف را محاسبه و نتیجه آن را بر حسب 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 پرشدن برای محموله نمونه‌های خاص است.

#### ۷-۲-۲ ظرف ته صاف با قطر بزرگ‌تر از ۲۰ میلی‌لیتر

مطابق روش توضیح داده شده در زیربند ۷-۲-۱ عمل کنید، اما هر ظرف را با یک درپوش تخت (برای اندازه‌گیری ظرفیت لبریزی بطری‌های کوچک و یا بطری‌های دیگر) بپوشانید. درپوش تخت باید از ماده سخت، بی‌اثر، 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 به 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 پرشدن برای محموله نمونه‌های خاص است.

#### ۷-۲-۳ ظروف ته گرد

شش ظرف (با ظرفیت کوچک‌تر یا مساوی  $100\text{ mm}$ ) یا سه ظرف (با ظرفیت بزرگ‌تر از  $100\text{ mm}$ ) را به طور تصادفی از محموله 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 ثابت نگه داشته و ظرفیت لبریزی را مطابق با زیربند ۷-۲-۱ تعیین کنید. ۹۰ درصد از میانگین ظرفیت لبریزی را تا یک رقم اعشار محاسبه کنید. این حجم، حجم پرشدن برای محموله 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 مطابق زیر بند ۱-۲-۷ دوباره وزن کنید.

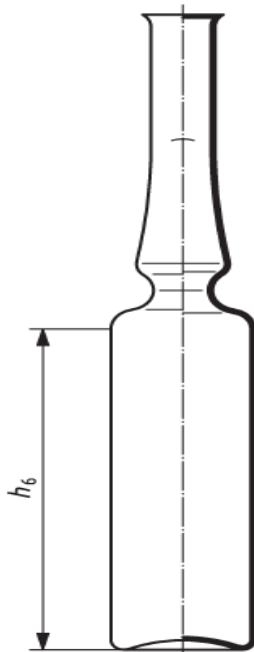
#### ۵-۲-۷ آمپول‌ها

حداقل شش آمپول خشک را روی یک سطح صاف و افقی قرار دهید و به وسیله بورت (زیربند ۲-۶) با آب شستشو (زیربند ۵-۵) تا سطح (نقطه هلال)  $h_6$  مطابق با استاندارد ISO 9187-1:2010 در دمای اتاق پر کنید، تا جایی که به محل انحنا برسد (به شکل ۲ مراجعه شود). ظرفیت 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 پرشدن است و باید در همه آمپول‌های محموله یکسان باشد. یادآوری - همچنین حجم پرشدن 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 بی‌اثر (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 پرشدن است.



شکل ۲- حجم پرشدن 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

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

هر گونه ضایعات بسته‌بندی یا گرد و خاک را که در زمان انبارش و جابجایی جمع شده است، از نمونه‌های باز پاک کنید. کمی پیش از آزمون، هر نمونه را به طور کامل و حداقل دوبار با آب شستشو (زیربند ۵-۵) در دمای محیط بشویید، سپس نمونه‌ها را با آب شستشو (زیربند ۵-۵) پر ککلاس و اجازه دهید تا بماند. فوراً پیش از آزمون، نمونه‌ها را خالی ککلاس و یکبار با آب شستشو (زیربند ۵-۵) و سپس با آب آزمون (زیربند ۱-۵) آب‌کشی و تخلیه کنید.

آمپول‌های بسته نباید قبل از آزمون آب‌کشی شود.

**یادآوری-** برای باز کردن 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 پرشدن با آب آزمون (زیربند ۵-۱)، با استفاده از وسایل اندازه‌گیری حجمی مناسب پر کنید.

هر ظرف، شامل 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 اندازه آن باید به گونه‌ای باشد که کف داخلی بشر به راحتی روی لبه نمونه قرار گیرد.

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

اطمینان حاصل کنید که فویل فلزی (زیربند ۶-۷)، یون‌هایی که قابل اندازه‌گیری هستند را درون آب آزمون آزاد نمی‌کند.

نمونه‌های حاوی آب شستشو (زیربند ۵-۵) 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 ظرف مشابه استفاده کرد. در اتوکلاو را محکم بسته یا با احتیاط بپوشانید اما شیر سماوری تخلیه بخار باز بماند. ثبت کننده خودکار دما بر حسب 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 با 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  $(121 \pm 1)$  درجه سلسیوس برای  $(1 \pm 60)$  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 ۱۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۱۰ دقیقه نیست. هشدار- به منظور بالا بردن ایمنی (تاخیر در جوشش) اتوکلاو را قبل از رسیدن درجه حرارت آب درون محفظه به ۹۵ درجه سلسیوس باز نکنید. نکات ایمنی راهنمای کاربر را مد نظر قرار دهید.

**یادآوری ۲-** تجربه نشان داده است که نرخ گرما دادن تا ۱۲۱ درجه سلسیوس، نگه داشتن دما در  $(121 \pm 1)$  درجه سلسیوس، نرخ سرد 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 آوکلاس و در مدت ۳۰ دقیقه تا رسیدن به دمای اتاق خنک کنید. اندازه‌گیری 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

**۱-۴-۸ ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس ۲ HC<sub>F</sub> 1, HC<sub>F</sub> 2 و HC<sub>F</sub> B یا ظروفی که از شیشه بوروسیلیکات ساخته شده‌اند**

این ظروف به طور معمول مقدار قابل توجهی پتاسیم یا کلسیم آزاد نمی‌کنند و تنها سدیم را می‌توان اندازه‌گیری کرد. اندازه‌گیری اولیه غلظت اکسید پتاسیم و کلسیم را روی یکی از محلول‌های استخراجی انجام دهید. اگر برای یک نوع ظرف، غلظت اکسید پتاسیم کمتر از ۰٫۲ میکروگرم بر میلی‌متر و غلظت اکسید کلسیم کمتر از ۰٫۱ میکروگرم باشد، نیازی به تحلیل محلول باقی مانده از این نوع ظرف، برای این یون‌ها نیست. به یک ظرف از هر نوع ظرف مورد آزمون، حجمی معادل ۵٪ از حجم لبریزی محلول بافر طیف‌سنجی شیمیایی (زیربند ۵-۶) اضافه کنید.

**یادآوری-** به طور معمول افزودن محلول بافر طیف‌سنجی شیمیایی به محتویات ظروف کلاس‌های ۱ HC<sub>F</sub> 2, HC<sub>F</sub> B و HC<sub>F</sub> ضروری نیست (به خصوص برای ظرف‌های کوچک با حجم کمتر از ۲ میلی‌متر، که ایجاد یک محلول همگن می‌تواند کار دشواری باشد). بسته به طیف‌سنج جذب یا نشر اتمی، بافر طیف‌سنجی شیمیایی می‌تواند تجدیدپذیری را بهبود بخشد، اما به طور معمول ممکن است سطوح خالی را افزایش دهد. این امر به تجهیزات آزمون ویژه بستگی دارد و به فرآیند اعتبارسنجی مربوط است.

محلول استخراج شده از هر نمونه را به طور مستقیم به داخل شعله دستگاه جذب اتمی یا دستگاه نشر اتمی (زیر بند ۶-۵) منتقل کنید. غلظت اکسید سدیم (و در صورت وجود، اکسید پتاسیم و اکسید کلسیم) را با مراجعه به نمودارهای کالیبراسیون که از محلول‌های آبی مرجع (زیربند ۵-۹) با غلظت مناسب تهیه شده، تعیین کنید.

۲-۴-۸ ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس  $HC_F 3$  و  $HC_F D$ ، یا ظروفی که از شیشه سودا-آهک-سیلیس ساخته شده‌اند

#### ۱-۲-۴-۸ تحلیل‌های اولیه

به یک ظرف از هر نوع ظرف مورد آزمون، حجمی معادل ۵٪ حجم لبریزی از محلول بافر طیف‌سنجی شیمیایی اضافه کنید.

دهانه تنگ ظروف را با یک تکه فیلم پلاستیکی خنثی ببندید و محلول را با تکان دادن مخلوط کنید. با استفاده از مخلوط‌کن‌ها می‌توان محلول را در ظروف دیگر مخلوط کرد.

اطمینان حاصل کنید که فیلم پلاستیکی، یون‌هایی که قابل تعیین باشد را آزاد نمی‌کند.

محلول استخراجی را درون شعله دستگاه (زیربند ۵-۶) منتقل کنید. ابتدا غلظت تقریبی اکسید سدیم و سپس غلظت دقیق اکسید پتاسیم و اکسید کلسیم را تعیین کنید. زمانی که غلظت اکسید پتاسیم کمتر از ۰/۲ میکروگرم بر میلی‌لیتر و غلظت اکسید کلسیم کمتر از ۰/۱ میکروگرم بر میلی‌لیتر باشد، نیازی به تحلیل محلول-های باقی‌مانده در این نوع ظروف برای این یون‌ها نیست.

با توجه به شرایط دستگاه، ممکن است غلظت اکسید سدیم بالاتر از گستره بهینه کاری دستگاه باشد. به طور معمول در فنون FAAS، برای غلظت بالاتر از ۳ میکروگرم بر میلی‌لیتر اکسید سدیم این اتفاق می‌افتد. در این حالت، محلول استخراجی برای اندازه‌گیری نهایی را رقیق کنید، به طوری که غلظت اکسید سدیم کمتر از ۳ میکروگرم بر میلی‌لیتر شود.

رقیق کردن غلظت اکسید سدیم به کمتر از ۳ میکروگرم بر میلی‌لیتر به دقت انجام شود. حجم باید تا دو رقم اعشار اندازه‌گیری شود. این اندازه‌گیری‌ها و رقیق‌سازی‌ها باید با دقت و در لوازم کاملاً تمیز صورت گیرد.

اگر رقیق‌سازی مورد نیاز باشد، باید این محلول رقیق شده را با اضافه کردن محلول‌های بافر طیف‌سنجی (زیربند ۵-۶) (کسر حجمی ۵٪) به محلول استخراجی اصلی آماده کرد.

یادآوری- تجربه نشان داده است اکسید کلسیم و اکسید پتاسیم را می‌توان از محلول‌هایی که رقیق نشده‌اند دقیق‌تر اندازه‌گیری کرد.

#### ۲-۲-۴-۸ تحلیل‌های نهایی

اگر به رقیق‌سازی نیاز نباشد، حجمی معادل ۵٪ حجم لبریزی از محلول‌های بافر طیف‌سنجی شیمیایی را مطابق بند ۱-۲-۴-۸ اضافه و خوب مخلوط کنید. سپس اکسید سدیم و اکسید کلسیم (و در صورت وجود، اکسید پتاسیم) را با ارجاع به نمودار کالیبراسیون تعیین کنید. آنها باید از محلول‌های آبی مرجع (زیربند ۵-۹) تهیه شوند و حاوی ۵٪ کسر حجمی محلول بافر طیف‌سنجی شیمیایی (زیربند ۵-۶) باشند.



استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۳۹۵۵ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۵

برای تعیین اکسید کلسیم به روش FAAS، باید از شعله اکسید نیتروس/استیلن استفاده کرد. اگر به رقیق‌سازی نیاز باشد، اکسید سدیم، و در صورت وجود اکسید کلسیم و اکسید پتاسیم را مطابق روش اجرایی که قبلاً توضیح داده شده تعیین کنید. محلول‌های اندازه‌گیری باید حاوی ۵٪ کسر حجمی محلول بافر طیف‌سنجی شیمیایی باشند.

اطمینان حاصل کنید که هر رقیق‌سازی در محاسبات در نظر گرفته شود (به دلیل غلظت اکسید سدیم و یا افزایش کلرید سزیم).

بهتر است مقدار غلظت کمتر از ۱/۰ میکروگرم بر میلی‌لیتر را تا دو رقم اعشار بیان کرد مقدار بیشتر یا مساوی ۱/۰ میکروگرم بر میلی‌لیتر را تا یک رقم اعشار بیان کرد.

## 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 زمان تولید می‌تواند به وسیله اصلاح این سطوح به طور قابل توجهی افزایش یابد. به طور معمول اصلاح سطح داخلی بر روی آمپول‌هایی که از بروسیلیکات ساخته شده‌اند، صورت نمی‌گیرد، زیرا مقاومت شیمیایی بالای آنها به جنس ترکیبات شیمیایی شیشه بستگی دارد (به بند ۳ مراجعه شود).

اگر شکمی 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 (زیربند ۵-۴) و نه حجم اسید کلریدریک (زیربند ۵-۲) 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 پنج بار با آب شستشو (زیربند ۵-۵) و پس از آن حداقل یک بار دیگر با آب شستشو (زیربند ۵-۵) آب‌کشی کنید. سپس نمونه‌ها را مطابق روش مشخص شده در زیربندهای ۸-۳ و ۸-۴ آزمون کنید.

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

اگر نتایج حاصل، به طور قابل توجهی بیشتر از مقادیر بدست 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

میانگین غلظت جداگانه‌ای از اکسیدها را (زیربند ۸-۴) در رابطه با هر نمونه مورد آزمون محاسبه و آن را بر حسب میکروگرم اکسید در هر میلی‌لیتر محلول استخراجی و مجموع اکسیدها بر حسب میکروگرم اکسید سدیم در میلی‌لیتر محلول استخراجی بیان کنید.

از ضرایب تبدیل زیر استفاده کنید:

یک میکروگرم از اکسید پتاسیم  $\cong 0.658$  میکروگرم از اکسید سدیم  
 یک میکروگرم از اکسید کلسیم  $\cong 1.105$  میکروگرم از اکسید سدیم

**یادآوری** - مقاومت آبکافتی ظروف کلاس HC<sub>F</sub> که توسط روش طیف‌سنجی شعله به‌دست آمده با کلاس HC<sub>T</sub> که مطابق استاندارد ملی شماره ۱-۱۳۹۵۵ به‌دست آمده قابل مقایسه است. هرچند هر یک از مقادیر به‌دست آمده از آزمون مستقل با هم معادل نیست، بنابراین تبدیل از این قسمت از استاندارد ملی ۱۳۹۵۵ به استاندارد ملی شماره ۱-۱۳۹۵۵ مجاز نیست.

## ۲-۹ طبقه‌بندی

هنگامی که آزمون مطابق زیربند ۸-۴ و تعیین مطابق زیربند ۹-۱ انجام شود، ظروف را مطابق جدول ۲ و با در نظر گرفتن میانگین غلظت اکسیدها بر حسب اکسید سدیم (Na<sub>2</sub>O) طبقه‌بندی کنید.

جدول ۲- حداکثر مقادیر مقاومت آبکافتی در آزمون سطح ظروف (روش‌های طیف‌سنجی شعله)

حداکثر مقادیر غلظت اکسیدها بر حسب میکروگرم اکسید سدیم (Na <sub>2</sub> O) در میلی‌لیتر محلول استخراجی <i>μg/ml</i>				ظرفیت ظرف [حجم مربوط به حجم پر شدن (به بند ۷-۲ مراجعه شود)] میلی‌لیتر
کلاس HC <sub>F</sub> D	کلاس HC <sub>F</sub> B	کلاس HC <sub>F</sub> 3	کلاس HC <sub>F</sub> 1 و HC <sub>F</sub> 2	
۹۶	۱۲	۶۰	۵,۰۰	≤۱
۸۴	۱۰,۸	۵۳	۴,۵۰	۱<۲
۷۷	۹,۶	۴۹	۴,۱۰	۲<۳
۶۳	۷,۸	۴۰	۳,۲۰	۳<۵
۵۱	۶,۰	۳۰	۲,۵۰	۵<۱۰
۴۰	۴,۸	۲۴	۲,۰۰	۱۰<۲۰
۳۰	۳,۶	۱۸	۱,۵۰	۲۰<۵۰
۲۳	۳,۰	۱۴	۱,۲۰	۵۰<۱۰۰
۱۸	۲,۴	۱۱	۱,۰۰	۱۰۰<۲۰۰
۱۴	۱,۸	۸,۷	۰,۷۵	۲۰۰<۵۰۰
۱۰	۱,۲	۶,۶	۰,۵۰	>۵۰۰

### ۳-۹ تمایز بین ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس 1 HC<sub>F</sub> و ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس 2 HC<sub>F</sub>

پس از تخریب و آزمون مجدد مطابق با زیربند ۸-۵ ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس 1 HC<sub>F</sub> باید الزاماتی که در جدول ۲ برای ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس 1 HC<sub>F</sub> و 2 HC<sub>F</sub> ارائه شده است را برآو کلاس کند. پس از تخریب و آزمون مجدد مطابق با زیربند ۸-۵ ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس 2 HC<sub>F</sub> 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 کلاس 3 HC<sub>F</sub> در جدول ۲ باشد.

### 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 غلظت اکسیدهای محاسبه شده با میانگین ۴/۹ میکروگرم اکسید سدیم بر میلی‌لیتر محلول استخراجی باید به صورت زیر باشد:

شیشه- مقاومت آبکافتی ظرف کلاس B HC<sub>F</sub> - 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 پرشدن نمونه‌ها؛

ث- ضریب رقیق‌سازی، در صورت کاربرد؛

ج- یون‌هایی که تعیین شده است؛

چ- مقادیر تکی و میانگین محاسبه شده اکسید سدیم؛

ح- مقاومت آبکافتی ظرف کلاس HC<sub>F</sub> (شناسه گذاری ظرف آزمون شده)؛

خ- برای ظروف با مقاومت آبکافتی کلاس 2 HC<sub>F</sub>، عبارت این که پس از تخریب سطح، آزمون تکرار شده است (به زیربند ۹-۴ مراجعه شود) و نتایج به دست آمده؛

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

ذ- 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 روی 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 دقیق اتوکلاو و تجهیزات کنترل دما، کمک بزرگی به بهبود قابلیت تجدیدپذیری می‌کند<sup>۱</sup>.

برای این مواد، غلظت قلیایی محلول استخراجی بدست آمده از ظروفی با ظرفیت لبریزی ۱۸/۹ میلی‌لیتر که با روش شعله AAS تعیین شده است، عدم قطعیت بسط یافته (۱/۹۱±۰/۱۹) میلی‌گرم از Na<sub>2</sub>O بر لیتر با فاکتور پوششی k=2 مطابق با سطح اطمینان ۹۵٪ است. به علاوه جهت بهبود تجدیدپذیری نیاز است آزمون در سطوح غلظت متفاوتی از شیشه های مختلف، صورت گیرد. برای کسب اطلاعات بیشتر به مراجع [۱۴] و [۱۵] کتاب‌نامه مراجعه کنید.

---

۱- برای استانداردسازی روش اجرایی آزمون، مواد مرجع تایید شده <sup>[13]</sup> 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 ۹۴۷۲-۱: سال ۱۳۹۲، ظروف و لوازم تزریق - قسمت ۱ - ویال‌های تزریق ساخته شده از لوله شیشه‌ای 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 ۱۷۲۶۳: سال ۱۳۹۲، ظروف شیشه‌ای غذاخوری بوروسیلیکاتی مقاوم در برابر شوک حرارتی - ویژگی‌ها 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 ۹۴۲۷-۴: 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 ۸۳۵۷-۱: 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 ۱۴۲۵۷-۱: 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 ۴۴-۱: سال ۱۳۸۴، ظروف و لوازم برای فراوکلاس‌های 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 ۴۴-۴: 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](http://www.irmm.jrc.be/html/reference_materials_catalogue/catalogue/attachements/IRMM-435_cert.pdf)