

压差法是药品用软包装材料透气性测试的首选方法

摘要: 本文结合 YBB00082003《气体透过量测定法》对材料的透气性检测方法进行详细介绍。并讨论了每种测试方法的最新发展以及具体药包材标准对于阻隔性测试方法的应用。

关键词: 药品, 药包材, 阻隔性, 透氧性

使用阻隔性优良的包装材料可以有效延长物品的保质期, 拓宽保存环境, 为贮存、运输提供更多的便利, 因此阻隔性材料近几年应用推广非常迅速。材料的透气性测试方法可以分为压差法和等压法两类, 测试方法不同, 对测试数据带来的影响也无法完全消除。由于对材料的阻隔性检测方法了解较少, 导致当前药包企业在选购阻隔性设备时不太关注测试方法的选择。为了统一我国药包材透气性检测所用方法, 增强检测数据的可对比性, 我国食品药品监督管理局于 2003 年制定了 YBB00082003《气体透过量测定法》规范药品包装材料的检测方法, 成为药包领域选择透气性检测设备的向导。

YBB00082003《气体透过量测定法》提供了两种测试方法: 第一法压差法和第二法电量分析法。下面将分别进行介绍。

1. 压差法

第一法压差法遵照国标 GB 1038-2000 制定。其测试原理是利用药包用薄膜或薄片将低压室和高压室分开, 高、低压室分别有一个测压装置, 高压室充约 0.1MPa 的试验气体, 低压室的体积已知, 试验密封后用真空泵将低压室内的空气抽到接近零值, 用测压计测量低压室的压力增量 Δp , 可确定试验气体由高压室透过试样到低压室的以时间为函数的气体量, 但应排除气体透过速度随时间而变化的初始阶段。进入试验阶段后, 当低压室在相同的时间间隔内压差的变化保持恒定, 则达到气体的稳定渗透, 气体透过量和气体透过系数可以按照标准中给出的公式计算得到, 其单位是: $\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot 0.1\text{MPa}$ 。需要特别注意的是, 在试验之初, 需要对整个透气室抽真空直到 27kPa 以下, 并持续脱气。压差法可同时检测气体对材料的渗透系数、检测气体在材料内的扩散系数以及材料对气体的溶解度系数, 而且可用于氧气、氮气、二氧化碳、空气等多种常见无机气体的检测。

在 YBB00082003 的起草说明中指出, 第一法压差法的制定是参照 GB/T 1038-2000《塑料薄膜和薄片气体透过量试验方法——压差法》制定的, 比较这两个标准中的方法描述可知, 内容要求基本一致, 而 GB/T 1038-2000 比 YBB00082003 内容更加完善, 因此可以认为执行 GB/T 1038-2000 就可以完全满足

YBB00082003 第一法的要求。当然, 需要说明的是与国际上现有的压差法薄膜透气性测试标准 ASTM D1434、ISO 15105-1、ISO 2556: 2001 等相比, 虽然 GB/T 1038-2000 在操作细则上的描述不算完善, 但是对检测以及试验过程中的各项指标的要求完全与国际标准一致。例如对于测试腔低压侧真空度的要求, ASTM D 1434-82 (2003) 要求在 26Pa 以下, ISO 2556:2001 及 GB/T 1038-2000 均要求不大于 27 Pa。

2. 电量分析法

YBB00082003 在标准方法的设立上, 在保留了压差法的基础上又制定了电量分析法, 也就是标准中的第二法。

电量分析法, 即是传感器法, 是等压法测试方法的一种。其测试原理是利用药用薄膜或薄片将渗透腔隔成两个独立的气流系统, 一侧为流动的测试气体 (可以是纯氧气或是含氧气的混合气体), 另一侧为流动的干燥氮气, 试样两边的压力相等, 但氧气分压不同, 在氧气的浓度差作用下, 氧气透过薄膜并被氮气流送至氧传感器中, 由氧传感器精确测量出氮气流中携带的氧气量, 从而计算出材料的氧气透过率。由电量分析法直接测得且未经校正的氧气透过量, 其常用单位是: $\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{d}$ 。该类设备在试验之前需要使用标准膜进行标定, 并确定设备的标定系数。压差法和电量分析法的测试原理不同, 测试条件不同, 试验结果的单位也不相同, 所以由这两种方法得到的未经校正的原始数据从理论上说不具备可比性, 但通过使用标准膜标定后试验结果的可比较性能得到改善, 另外电量分析法的数据可以溯源到压差法, 这在 ASTM D3985-05 标准中都有明确说明: “Limited statistical data on correlations with Test Method D1434 methods are available; however, the oxygen transmission rate of a standard reference material as determined manometrically by NIST, is in good agreement with the values obtained in the coulometric interlaboratory test using material from the same manufacturing lot.”。其中 ASTM D 1434 即是压差法测试标准。

电量分析法使用的传感器属于消耗型元件, 设备的校正因子并不是长期有效的, 需要进行周期性标定, 而且当传感器的损耗达到一定程度时必须更换。同时试验过程中氮气和氧气的使用量也很大, 因此检测成本要比压差法高很多。

3. 方法使用

下面我们结合具体执行的药品包装容器 (材料) 标准, 看一下这两种药包材透气性检测方法的具体使用情况。

表 1. 药包材透气性测试方法

标准号	标准名称	YBB00082003

		第一法 压差法	第二法 电量分析法
YBB00132002	药品包装用复合膜、袋通则	√ ¹	×
YBB00172002	聚酯/铝/聚乙烯药品包装用复合膜、袋	√ ¹	×
YBB00182002	聚酯/低密度聚乙烯药品包装用复合膜、袋	√ ¹	×
YBB00192002	双向拉伸聚丙烯/低密度聚乙烯药品包装用复合膜、袋	√ ¹	×
YBB00242002	聚酰胺/铝/聚氯乙烯冷冲压成型固体药用复合硬片	√ ¹	×
YBB00342002	多层共挤输液用膜、袋通则	√ ^{1, 2}	×
YBB00182004	铝/聚乙烯冷成型固体药用复合硬片	√	√
YBB00192004	双向拉伸聚丙烯/真空镀铝流延聚丙烯药品包装用复合膜、袋	√	×
YBB00202004	玻璃纸/铝/聚乙烯药品包装用复合膜、袋	√	×
YBB00072005	药用低密度聚乙烯膜、袋	√	×
YBB00102005	三层共挤输液用膜 (I)、袋	√ ²	×
YBB00112005	五层共挤输液用膜 (I)、袋	√ ²	×
YBB00202005	聚氯乙烯/聚乙烯/聚偏二氯乙烯固体药用复合硬片	√ ¹	×
YBB00212005	聚氯乙烯固体药用硬片	√ ¹	×
YBB00222005	聚氯乙烯/聚偏二氯乙烯固体药用复合硬片	√ ¹	×
YBB00232005	聚氯乙烯/低密度聚乙烯固体药用复合硬片	√ ¹	×
YBB00252005	药用聚乙烯/铝/聚乙烯复合软管	√	√

注: 1. 该标准制定的时候、或者该修订标准的原标准在制定的时候 YBB00082003 还未制定, 执行标准 GB/T 1038-2000。

2. 需要检测材料的氧气透过量 and 氮气透过量。

从表 1 中可以看出, 表中所列药品包装材料在进行材料的透气性检测时全部执行压差法, 仅有两种材料在进行透气性检测时可选择执行电量分析法。因此使用压差法设备完全满足药包材阻隔性检测的要求, 而电量分析法 (传感器法) 目前看来无法满足多数材料的检测要求。

济南兰光机电技术有限公司

中国济南市无影山路 144 号 (250031)

总机: (86) 0531 85864214 85953155

传真: (86) 0531 85812140

E-mail: labthink@labthink.cn

网址: <http://www.labthink.cn>

4. 总结

尽管药包材的透气性检测标准是在基于国标的检测方法上, 又提出了针对药品包装行业特点的新的测试方法。然而通过以上分析可以看出, 采用压差法目前完全可以满足药包材的检测要求, 而电量分析法应用面非常窄, 因此选择压差法透气性检测设备, 能够最好地满足药包材检测标准, 有效避免由于检测方法的不同可能带来的影响, 有助于节省检测成本, 提高产能。