

---

# 東京高分子 サルファー処理

---



東京高分子株式会社

〒340-0831 埼玉県八潮市南後谷 371

お問い合わせ先 TEL 048-935-7313

FAX 048-931-3965

e-mail [soka@tokyokobunshi.co.jp](mailto:soka@tokyokobunshi.co.jp)

Website <https://tokyokobunshi.co.jp/>

## サルファー処理ガラス容器のアルカリ成分溶出減少効果

ガラス容器の化学的耐久性は、医薬品容器としての機能上、重要な要素の一部として評価されています。しかしながら時として、ガラス容器からのアルカリ成分の溶出が問題点として指摘されることがあります。

サルファー処理は、高温下でガラスとイオウ化合物を反応させることにより、ガラス表面層のアルカリ成分を選択的に抽出除去します。その結果、ガラスからのアルカリ成分の溶出を減少させ、内容液の経時変化防止・力価低減防止、さらにフレークスの発生を抑制する効果が期待できます。

サルファー処理はアルカリ成分の溶出抑制に過去から用いられている方法であり、性能及び品質の安全性に信用と実績があります。

貴社製品の品質向上の一方策として、ぜひご検討ください。

## サルファー処理のメカニズム

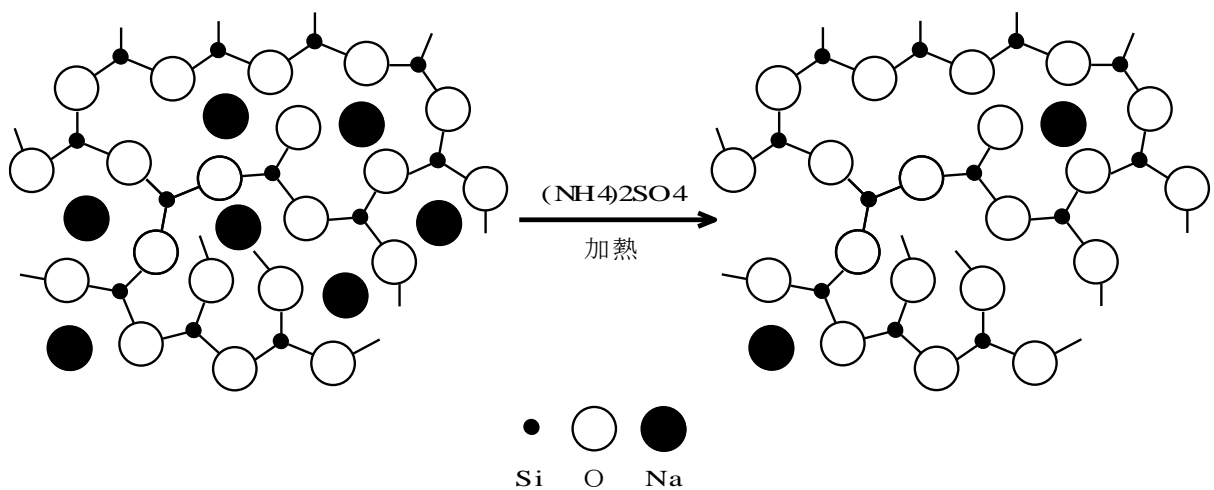
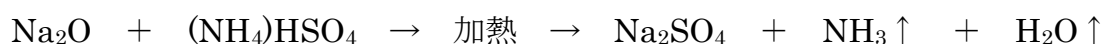
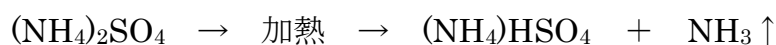


図1 ガラス網目構造の二次元的模型図

次式で示されるように、ガラス成分中の  $\text{Na}_2\text{O}$  が  $(\text{NH}_4)\text{HSO}_4$  と反応して  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  の白色粉末（ブルーム）をガラス表面に生成します。



## 各種ガラス容器にサルファー処理を行ったときのアルカリ溶出量

図2・3に、白・茶100mLブロー瓶（ソーダ石灰ガラス製）、

図4・5に、白・茶10mL管バイアル（硼珪酸ガラス製）、

図6に、白2mLアンプル（硼珪酸ガラス製）からのNa溶出量の経時変化を示します。

サルファー処理の施されたガラス瓶は、未処理瓶と比較してNaの溶出量が著しく減少しており、経時変化も少ないことが分かります。尚、オートクレーブ121℃3時間の加熱処理は、25℃で約5年間分のアルカリ溶出に相当する<sup>1)</sup>とされています。

### 測定手順

- i) サルファー処理瓶、未処理瓶を超音波洗浄し、蒸留水で仕上げにすすぎ洗浄する。
- ii) 洗浄後のガラス瓶に蒸留水を充填する。100mLブロー瓶は100mL、10mL管バイアルは10mL、2mLアンプルは2mL充填する。
- iii) ブロー瓶、管バイアルはゴム栓アルミキャップ巻き締め、アンプルは熔閉し封緘する。
- iv) 封緘後121℃のオートクレーブで加熱処理を行ったのち室温まで冷却し測定用検体とする。オートクレーブ加熱時間は、121℃に達してからの所要時間とする。
- v) フレーム光度法によりNaの溶出量を測定し、検量線よりその数値を求める。

### 瓶用ガラスの化学組成例<sup>2)</sup>

	SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	BaO	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
ソーダ石灰ガラス(白)	70~74	13~16		10~13		0~0.5		1.5~2.5
硼珪酸ガラス(白)	74.7	6.4	0.5	0.9		2.2	9.6	5.6

### 参考文献

- 1) 2) 大場洋一. 「ガラス表面設計」 近代編集社 (1983)

## Sulfur Treatment

## 白・茶100mLブロー瓶からのNa溶出量

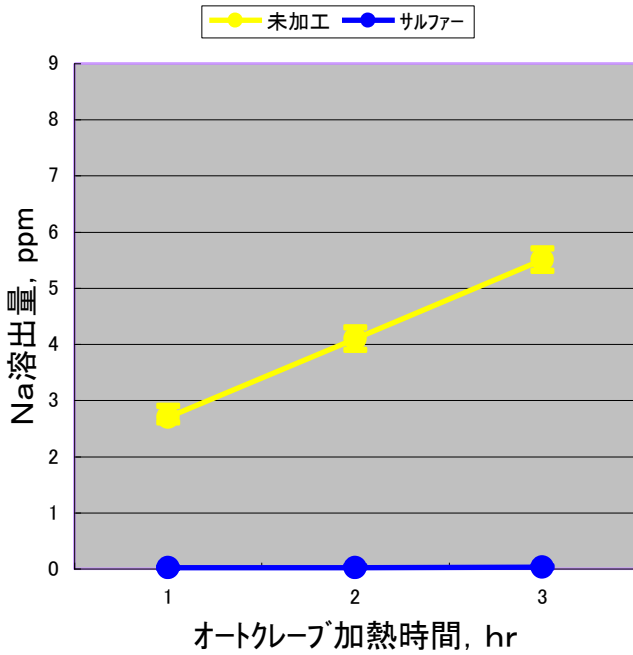


図2 白ブロー瓶のNa溶出量

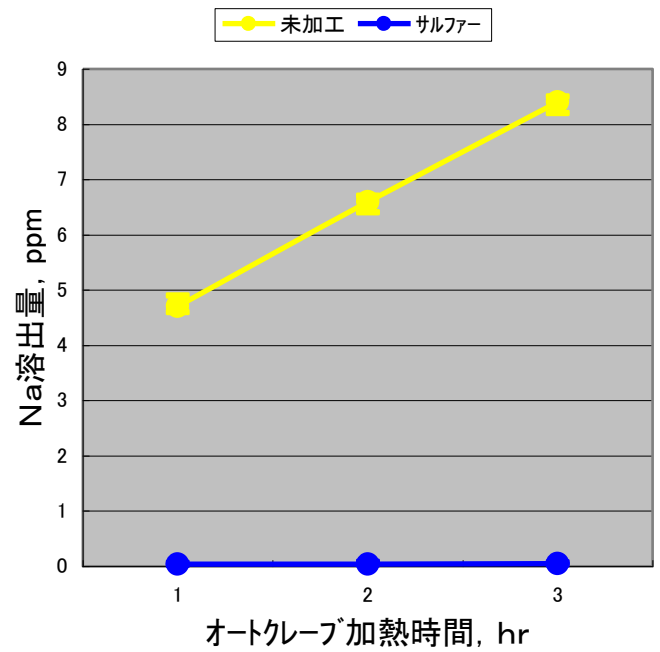


図3 茶ブロー瓶のNa溶出量

## 白・茶10mL管バイアルからのNa溶出量

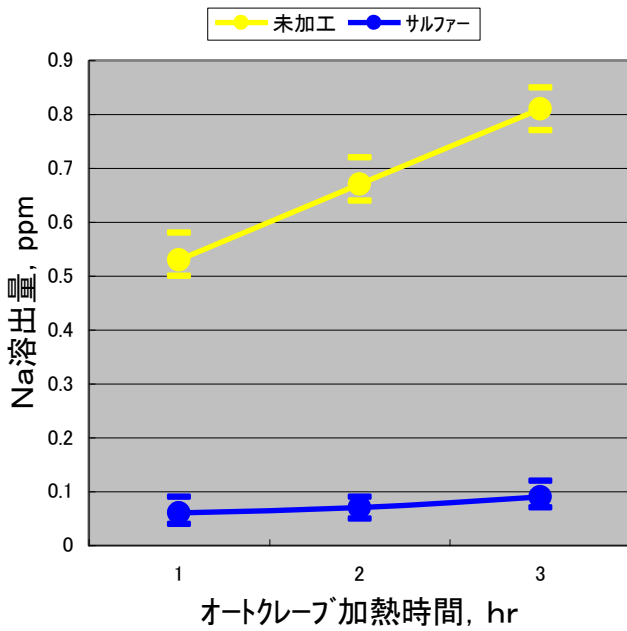


図4 白管バイアルのNa溶出量

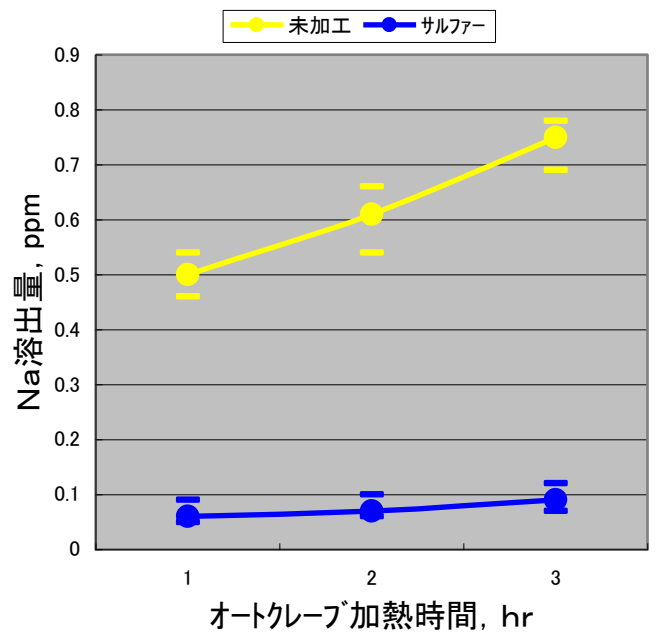


図5 茶管バイアルのNa溶出量

## Sulfur Treatment

## 白 2 mL アンプルからの Na 溶出量

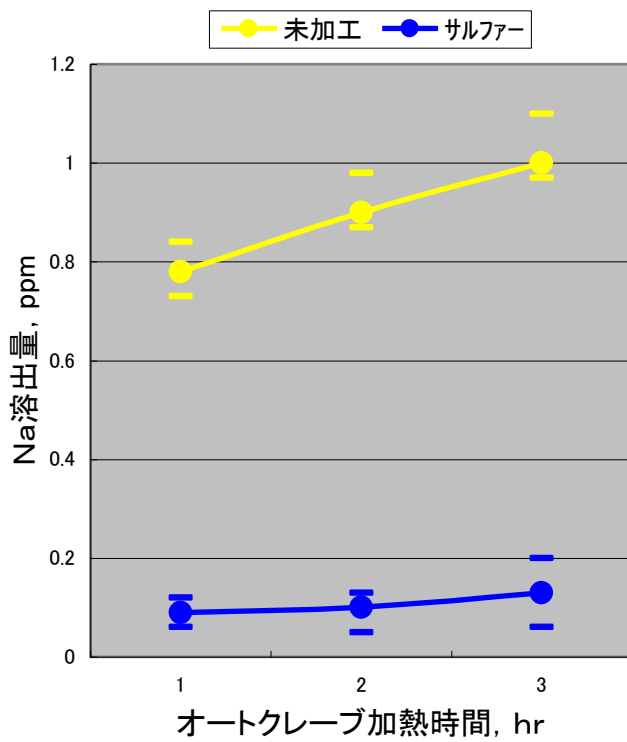


図6 白2mLアンプルのNa溶出量

## 硫酸イオンの定量・確認方法

硫酸イオンの確認方法はいろいろありますが、その中のいくつかを以下にご紹介します。

### 1) クロム酸バリウム吸光光度法

この試験法は、一般的に知られている方法で、J I Sに規定された方法です。K O 1 0 2。

試料にクロム酸バリウムの酸懸濁液を加えて硫酸バリウムを沈殿させ、次にカルシウムイオンを含むアンモニア水とエタノールとを加え、過剰のクロム酸バリウムを沈殿させ遠心分離する。硫酸イオンと置換して生じたクロム酸イオンの黄色の吸光度を測定して硫酸イオンを定量する。 定量範囲：5~50  $\mu$  g/ml

### 2) クロム酸バリウム-ジフェニルカルバジド吸光光度法

この試験法は、上記のクロム酸バリウム法よりさらに微量の硫酸イオンを定量する場合に用いられる方法です。K O 1 0 1。

試料にクロム酸バリウムの酸懸濁液を加えて硫酸バリウムを沈殿させ、次にカルシウムイオンを含むアンモニア水とエタノールとを加え、過剰のクロム酸バリウムを沈殿させ遠心分離する。硫酸イオンと置換して生じたクロム酸イオンを二クロム酸イオンに変え(ジフェニルカルバジド)(1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド)を反応させ、生じる赤紫の吸光度を測定して硫酸イオンを定量する。 定量範囲：0.2~5  $\mu$  g/ml

### 3) イオンクロマトによる定量

この試験法は、無機陰イオンの微量分析に有効な方法です。迅速、簡単に測定が可能ですが、高価な装置が必要となります。

イオン交換樹脂を充填した分離カラムに試料をポンプで送り込む。分離カラム内ではイオン交換能の差に基づき試料が分離される。分離された対象イオンを電気伝導度検出器により検出・定量する。 測定限界：0.1  $\mu$  g/ml

### 4) 硫酸塩試験法

この試験法は、日本薬局方、一般試験法、硫酸塩試験法に記載の方法で、限界試験として用いられている方法です。わずかな実験器具と簡単な操作で硫酸イオンの存在を確認できることが特徴です。

ネスラー管に試料をとり、希塩酸を加えて塩酸酸性とし、同様に比較液を用意する。検液、比較液に塩化バリウムを加え10分放置後に硫酸バリウムの混濁程度を比較する。比較液に既知濃度の硫酸試料を用意すれば大まかな濃度が確認出来る。

## 硫酸塩試験法による硫酸イオンの確認

前述の4)硫酸塩試験法に準拠した、注射用水の純度試験規格における硫酸イオンの確認試験を行いました。検体には白100mLブロー瓶及び、白10mL管バイアルを用いて、試験を行いました。

### 試料作製手順

- i) サルファー処理瓶、未処理瓶を超音波洗浄し、蒸留水で仕上げにすすぎ洗浄する。
- ii) 洗浄後のガラス瓶に蒸留水を充填する。白100mLブロー瓶は100mL、白10mL管バイアルは10mL充填する。
- iii) ブロー瓶、管バイアルはゴム栓アルミキャップ巻き締めし封緘する。
- iv) 封緘後121℃のオートクレーブで1時間の加熱処理を行ったのち室温まで冷却し試料とする。オートクレーブ加熱時間は、121℃に達してからの所要時間とする。
- v) 注射用水の純度試験規格を用いて硫酸イオンの確認を行う。

### 試験結果

注射用水純度試験に適合。

試料に変化なく、硫酸イオンの存在は確認されなかった。

## 取り扱い上の注意事項

- ④ サルファー処理品はガラス転移点付近（500～600℃）の加熱を行うと、溶出アルカリ量が若干上昇します。高温加熱が必要な場合は、事前に確認の上ご使用ください。
- ④ サルファー処理品の表面に付着している無機白色結晶（ブルーム）は、サルファー処理によりガラスから抽出されたアルカリ成分の反応物です。温水中の超音波洗浄等でよく洗浄してからご使用ください。また、温水での超音波洗浄でも洗浄しきれない場合は、超音波洗浄時間を変える等、洗浄方法を検討の上ご使用ください。尚、当社ではサルファー処理品の洗浄も承っておりますので、ぜひご利用ください。
- ④ サルファー処理はガラス表面のごく浅い部分のみに効果を発揮しております。フッ化水素酸、強アルカリ溶液等で表面を荒らすとその効果に影響を及ぼしますのでご注意ください。
- ④ 当社ではサルファー処理品の効果をNa溶出量により評価しております。ご希望の品質がございましたら、Na溶出量にてご指示いただけると幸いです。ご希望に沿った品質の製品をお納めいたします。
- ④ 記載内容及び使用上のご質問は、研究開発部または、品質管理部までお問い合わせください。見本要求、お見積もり等は、営業部までお問い合わせください。