

DIN ISO 4802-2



ICS 11.100.99; 71.040.20

Einsprüche bis 2016-09-29
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 4802-2:2012-12

Entwurf

**Glasartikel –
Wasserbeständigkeit der inneren Oberfläche von Glasbehältern –
Teil 2: Bestimmung durch Flammenspektrometrie und Klasseneinteilung
(ISO 4802-2:2016);
Text Deutsch und Englisch**

Glassware –

Hydrolytic resistance of the interior surfaces of glass containers –

Part 2: Determination by flame spectrometry and classification (ISO 4802-2:2016);

Text in German and English

Verrerie –

Résistance hydrolytique des surfaces internes des récipients en verre –

Partie 2: Détermination par spectrométrie de flamme et classification (ISO 4802-2:2016);

Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-07-29 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an named@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Medizin (NAMed), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 40 Seiten

DIN-Normenausschuss Medizin (NAMed)
DIN-Normenausschuss Laborgeräte und Laboreinrichtungen (FNLa)

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort.....	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	9
5 Reagenzien.....	9
6 Geräte.....	11
7 Probenvorbereitung.....	12
7.1 Probengröße	12
7.2 Bestimmung des Füllvolumens	12
7.2.1 Behälter mit Flachboden mit einem Mündungsdurchmesser ≤ 20 mm (mit Ausnahme von Ampullen, Spritzen und Karpulen).....	12
7.2.2 Behälter mit Flachboden mit einem Mündungsdurchmesser > 20 mm.....	13
7.2.3 Behälter mit rundem (halbkugeligem) Boden.....	13
7.2.4 Behälter mit Ausguss.....	13
7.2.5 Ampullen.....	13
7.2.6 Spritzen und Karpulen.....	14
8 Verfahren.....	14
8.1 Allgemeines	14
8.2 Reinigung der Proben	14
8.3 Füllen und Erhitzen.....	15
8.4 Analyse der Extraktionslösungen.....	16
8.4.1 Behälter mit der Wasserbeständigkeit der Behälterklassen HC _F 1, HC _F 2 und HC _F B oder Behälter, von denen bekannt ist, dass sie aus Borosilicatglas sind	16
8.4.2 Behälter mit der Wasserbeständigkeit der Behälterklassen HC _F 3 und HC _F D oder Behälter, von denen bekannt ist, dass sie aus Kalk-Natron-Silicatglas sind.....	16
8.5 Prüfung zur Bestimmung, ob die Behälter oberflächenbehandelt wurden	17
9 Auswertung.....	18
9.1 Bestimmung.....	18
9.2 Klassenteilung	18
9.3 Unterschied zwischen Behältern mit der Wasserbeständigkeit der Behälterklasse HC _F 1 und mit der Wasserbeständigkeit der Behälterklasse HC _F 2	19
9.4 Bezeichnung	19
10 Prüfbericht.....	19
11 Vergleichpräzision	20
Literaturhinweise.....	21

Nationales Vorwort

Dieses Dokument ist die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 4802-2:2016, die im Technischen Komitee ISO/TC 76 „Transfusion, infusion and injection, and blood processing equipment for medical and pharmaceutical use“ unter Beteiligung deutscher Experten erarbeitet wurde. Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 063-02-03 AA „Verpackungssysteme für die Befüllung und Applikation von medizinischen Produkten“ im DIN-Normenausschuss Medizin (NAMed).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der ISO 4802-2 entsprechend der diesbezüglich durch ISO erteilten Erlaubnis beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

Die Normenreihe DIN ISO 4802 unter dem allgemeinen Titel *Glasartikel - Wasserbeständigkeit der inneren Oberfläche von Glasbehältern* besteht aus folgenden Teilen:

- Teil 1: Bestimmung nach der Titrationsmethode und Klasseneinteilung
- Teil 2: Bestimmung durch Flammenspektrometrie und Klasseneinteilung

Für die in diesem Dokument zitierten Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 385	siehe DIN EN ISO385
ISO 719	siehe DIN ISO 719
ISO 720	siehe DIN ISO 720
ISO 1042	siehe DIN EN ISO 1042
ISO 3585	siehe DIN ISO 8535
ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 3819	siehe DIN EN ISO 3819
ISO 8362-1	siehe DIN EN ISO 8362-1
ISO 8362-4	siehe DIN EN ISO 8362-4
ISO 8536-1	siehe DIN EN ISO 8536-1
ISO 9187-1	siehe DIN EN ISO 9187-1
ISO 13926-1	siehe DIN ISO 13926-1
ISO 11040-1	siehe DIN ISO 11040-1
ISO 11040-4	siehe DIN ISO 11040-4
ISO 11418-1	siehe DIN ISO 11418-1
ISO 11418-4	siehe DIN ISO 11418-4
ISO 11418-7	siehe DIN ISO 11418-7

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 4802-2:2012-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Unterabschnitte von Wasser (Prüfwasser und gereinigtes Wasser) wurden überarbeitet;
- b) Prüfverfahren wurden überarbeitet;

- c) Unterabschnitt von Autoklaven und Dampfsterilisatoren wurde überarbeitet;
- d) der Inhalt wurde redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 385, *Laborgeräte aus Glas — Büretten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben*

DIN EN ISO 3819, *Laborgeräte aus Glas — Becher*

DIN EN ISO 8362-1, *Injektionsbehältnisse und Zubehör — Teil 1: Injektionsflaschen aus Röhrenglas*

DIN EN ISO 8362-4, *Injektionsbehältnisse und Zubehör — Teil 4: Injektionsflaschen aus Hüttenglas*

DIN EN ISO 8536-1, *Infusionsgeräte zur medizinischen Verwendung — Teil 1: Infusionsflaschen aus Glas*

DIN EN ISO 9187-1, *Injektionsgeräte zur medizinischen Verwendung — Teil 1: Ampullen für Injektionspräparate*

DIN ISO 719, *Glas — Wasserbeständigkeit von Glasgriß bei 98 °C — Prüfverfahren und Klasseneinteilung*

DIN ISO 720, *Glas — Wasserbeständigkeit von Glasgriß bei 121 °C — Prüfverfahren und Klasseneinteilung*

DIN ISO 3585, *Borosilicatglas 3.3 — Eigenschaften*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 11040-1, *Vorgefüllte Spritzen — Teil 1: Glaszylinder für Dentalkarpulen zur Lokalanästhesie*

DIN ISO 11040-4, *Vorgefüllte Spritzen — Teil 4: Spritzenzylinder aus Glas für Injektionspräparate*

DIN ISO 11418-1, *Behältnisse und Zubehör für Arzneimittel — Teil 1: Tropfflaschen aus Glas*

DIN ISO 11418-4, *Behältnisse und Zubehör für Arzneimittel — Teil 4: Tablettenflaschen aus Glas*

DIN ISO 11418-7, *Behältnisse und Zubehör für Arzneimittel — Teil 7: Gewindeflaschen aus Röhrenglas für flüssige Arzneimittel*

DIN ISO 13926-1, *Pen-Systeme — Teil 1: Glaszylinder für Pen-Injektoren zur medizinischen Verwendung*

Glasartikel — Wasserbeständigkeit der inneren Oberfläche von Glasbehältern — Teil 2: Bestimmung durch Flammenspektrometrie und Klasseneinteilung

Einleitung

Dieser Teil von ISO 4802 basiert im Wesentlichen auf einem von der International Commission on Glass (ICG), Technical Committee 2, *Chemical Durability and Analysis*, anerkannten Prüfverfahren für die Messung der Wasserbeständigkeit der inneren Oberfläche von Glasbehältern.

Dieser Teil von ISO 4802 enthält eine Klasseneinteilung, die ähnlich, jedoch nicht gleich, der Klasseneinteilung ist, die in ISO 4802-1 für das Titrationsverfahren festgelegt ist.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 4802 legt:

- a) Verfahren zur Bestimmung der Wasserbeständigkeit der inneren Oberfläche von Glasbehältern, wenn sie dem Einfluss von Wasser bei $(121 \pm 1)^\circ\text{C}$ für (60 ± 1) min ausgesetzt werden. Die Beständigkeit wird durch die Bestimmung der Menge an Natrium und anderem Alkalimetall oder Erdalkalioxiden in der Extraktionslösung mit der Flammen-Atomemissionspektrometrie oder -absorptionsspektrometrie (Flammenspektrometrie) gemessen;
- b) eine Klasseneinteilung der Glasbehälter nach der Wasserbeständigkeit der inneren Oberflächen, die mit den in diesem Teil der ISO 4802 festgelegten Verfahren bestimmt wurde

fest.

Das in diesem Teil von ISO 4802 festgelegte Prüfverfahren ist möglicherweise nicht auf Behälter anwendbar, deren Oberflächen mit Silikon behandelt wurden (z. B. Behälter, die zum direkten Einfüllen bereitstehen).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 385, *Laboratory glassware — Burettes*

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

ISO 720, *Glass — Hydrolytic resistance of glass grains at 121 °C — Method of test and classification*

ISO 1042, *Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks*

ISO 3819, *Laboratory glassware — Beakers*

ISO 9187-1, *Injection equipment for medical use – Part 1: Ampoules for injectables*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Ampulle

kleiner Behälter, üblicherweise mit Flachboden, der Spieße in den verschiedensten Formen hat

Anmerkung 1 zum Begriff Ampullen sind dünnwandig und haben im Allgemeinen ein Fassungsvermögen bis zu 30 ml. Sie sind dafür vorgesehen, nach dem Füllen mit einer Flamme verschlossen zu werden.

3.2

Flasche

Behälter mit Flachboden, aus Hüttenglas hergestellt

Anmerkung 1 zum Begriff Flaschen sind üblicherweise dickwandig und haben im Allgemeinen ein Fassungsvermögen von mehr als 50 ml. Sie können einen kreisförmigen oder einen anderen geometrischen Querschnitt haben. Flaschen werden mit einem Verschluss aus einem anderen Material als Glas verschlossen, und nicht mit einer Flamme.

3.3

Überlaufvolumen

zum Füllen eines auf einer flachen, horizontalen Fläche stehenden Behälters erforderliches Wasservolumen

3.4

Behälter

Artikel aus Glas zur Anwendung als Primärpackmittel, das dafür vorgesehen ist, direkt in Kontakt mit den pharmazeutischen Präparaten (Arzneimitteln) zu kommen

BEISPIEL Flaschen, Fläschchen, Injektionsspritzen, Ampullen und Karpulen. Siehe auch Bild 1.

Anmerkung 1 zum Begriff Diese Behälter sind aus Borosilicatglas oder Kalk-Natron-Silicatglas hergestellt.

3.5

Füllvolumen

in den Prüfkörper zu füllendes, festgelegtes Wasservolumen

Anmerkung 1 zum Begriff Hinsichtlich der Bestimmung des Füllvolumens siehe 7.2. Das Füllvolumen ist eine prüfspezifische Menge, die für den Vergleich von Behältersätzen aus verschiedenen Quellen oder Chargen angewendet wird. Es hat keine Beziehung zu dem Nennvolumen des Produktes.

3.6

Borosilicatglas

Silicatglas mit einer sehr hohen Wasserbeständigkeit infolge seiner Zusammensetzung, die signifikante Mengen Boroxid enthält

Anmerkung 1 zum Begriff Borosilicatglas enthält üblicherweise einen Massenanteil Boroxid zwischen 5 % und 13 %. Diese Glasart kann auch Aluminiumoxid und/oder Erdalkalioxide enthalten.

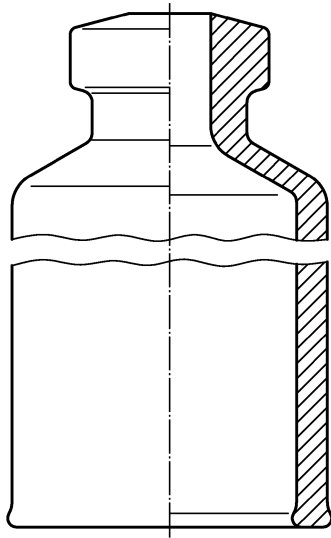
Anmerkung 2 zum Begriff Neutralglas ist ein Borosilicatglas mit einer sehr hohen Wasserbeständigkeit und einer hohen Temperaturwechselbeständigkeit. Bei Prüfung nach ISO 720 werden die Anforderungen von Klasse HGA 1 erfüllt. Behälter, die ordnungsgemäß aus diesem Glas hergestellt werden, stimmen mit der Wasserbeständigkeit der Behälterklasse HC_F 1 von diesem Teil von ISO 4802 überein.

3.7

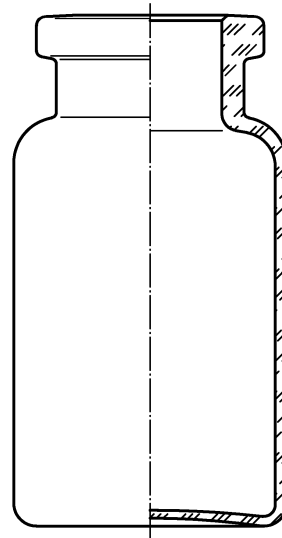
Kalk-Natron-Silicatglas

Silicatglas, das einen Massenanteil von bis zu etwa 15 % Alkalimetalloxide, hauptsächlich Natriumoxid, und einen Massenanteil von bis zu etwa 15 % Erdalkalioxide, hauptsächlich Calciumoxid, enthält

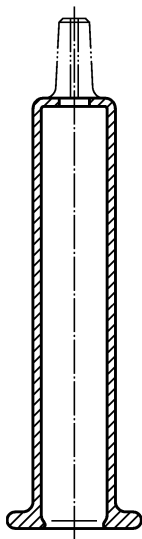
Anmerkung 1 zum Begriff Behälter aus diesem Glas werden infolge der chemischen Zusammensetzung des Glases eine angemessene Wasserbeständigkeit aufweisen, und mit der Wasserbeständigkeit der Behälterklasse HC_F 3 übereinstimmen.



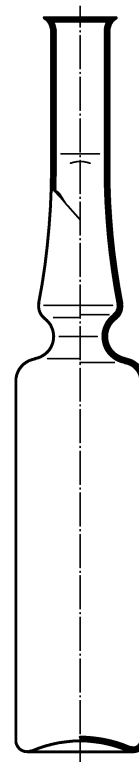
a) Beispiel für einen Glaszylinder für Pen-Injektoren (siehe ISO 13926-1)



b) Beispiel für eine Injektionsflasche aus Röhrglas (siehe ISO 8362-1)



c) Beispiel für einen Zylinder aus Glas (siehe ISO 11040-4)



d) Beispiel für eine Speißampulle mit Einengung (siehe ISO 9187-1)

Bild 1 — Beispiele für Behälter

3.8

Oberflächenbehandlung

Behandlung der inneren Oberfläche der Glasbehälter mit Reagenzien, um eine entkarbonatisierte (dealkalisierte) Oberfläche zu erreichen und um eine signifikant geringere Freisetzung von Alkalimetallionen (und Erdalkalitionen) zu bewirken

Anmerkung 1 zum Begriff Die Oberflächenbehandlung wird angewendet, um z.B. einen Behälter aus Kalk-Natron-Silicatglas der Wasserbeständigkeitsklasse HC_F 3 in einen Behälter der Wasserbeständigkeitsklasse HC_F 2 zu verwandeln. Behandelte Behälter werden vor dem Gebrauch durchgespült.

3.9

Vial

kleiner Behälter mit Flachboden, aus Röhrenglas oder Hüttenglas hergestellt

Anmerkung 1 zum Begriff Fläschchen sind üblicherweise dickwandig und haben ein Fassungsvermögen bis zu 100 ml. Sie werden üblicherweise mit einem Verschluss aus einem anderen Material als Glas verschlossen, und nicht mit einer Flamme.

4 Kurzbeschreibung

Dieses Prüfverfahren ist eine Oberflächenprüfung, die für Glasbehälter wie hergestellt und/oder wie geliefert gilt.

Die zu prüfenden Behälter werden mit einem spezifischen Wasser bis zu einem festgelegten Fassungsvermögen gefüllt. Sie werden lose verschlossen und dann unter festgelegten Bedingungen erhitzt. Der Umfang der hydrolytischen Auslaugung wird durch Flammenspektrometrie der Extraktionslösungen gemessen.

5 Reagenzien

Während der Prüfung sind nur analysenreine Chemikalien zu verwenden, sofern nicht anders festgelegt.

5.1 Prüfwasser, das wie folgt aufbereitet wird:

Aufbereiten des Prüfwassers von destilliertem Wasser (5.6) durch Mehrfachdestillation. Entfernen des Kohlenstoffdioxids durch anhaltendes Sieden für mindestens 15 min vor Nutzung in einem Kochkolben (6.3) aus Quarzglas (Kieselglas) oder Borosilicatglas und durch Kühlen.

ANMERKUNG 1 Jede andere geeignete Methode kann angewendet werden.

Beim Prüfen unmittelbar vor der Verwendung muss sich das Wasser, das wie oben beschrieben aufbereitet wurde, eine orange-rote (keine violett-rote oder gelbe) Farbe annehmen entsprechend zum Neutralpunkt des Methylrotindikators bei einem pH-Wert von $5,5 \pm 0,1$, wenn 0,05 ml der Methylroten Indikatorlösung (5.5) zu 50 ml des zu prüfenden Wassers gegeben wird.

Dieses Wasser darf also auch Referenzlösung (siehe 8.4) verwendet werden.

Die Leitfähigkeit des Wassers darf $1 \mu\text{S}/\text{cm}$, bestimmt bei 25 °C durch einen linearen Leitfähigkeitsmesser, nicht überschreiten.

ANMERKUNG 2 Diese Beschreibung basiert auf die Europäische Pharmakopoe [12]. In der Europäische Pharmakopoe ist das oben beschrieben Wasser als Wasser R1 bezeichnet.

ANMERKUNG 3 Wasser mit dem Grad 2 nach ISO 3696 [2] ist für das Prüfen geeignet.

5.2 Salzsäure, Lösung, $c(\text{HCl}) \approx 2 \text{ mol/l}$.

5.3 Salzsäure, Lösung, $c(\text{HCl}) \approx 6 \text{ mol/l}$ ($\approx 1 + 1$).

5.4 Flusssäure, $c(\text{HF}) \approx 22 \text{ mol/l}$ (d. h. $\approx 400 \text{ g HF/l}$ Lösung).

WARNUNG — Flusssäure ist sehr giftig und hoch ätzend. Sicherheitsdatenblätter sind zu beachten!

5.5 Gereinigtes Wasser, aufbereitet durch Destillation, durch Ionen-Austausch, durch Umkehrosmose oder jeder anderen geeigneten Methode zur Wasseraufbereitung für Wasser mit Trinkwasserqualität.

ANMERKUNG 1 Siehe nationale und regionale Bestimmungen für Wasser, das vorgesehen ist für menschliche Ernährung.

ANMERKUNG 2 Wasser, das mit dem Grad nach ISO 3696 [2] übereinstimmt, ist geeignet.

ANMERKUNG 3 In der Europäische Pharmakopoe ist das oben beschrieben Wasser als Wasser R bezeichnet.

5.6 Spektrochemische Pufferlösung (Cäsiumchloridlösung, CsCl).

80 g Cäsiumchlorid sind in etwa 300 ml Prüfwasser (5.1) aufzulösen, 10 ml Salzsäure (5.3) sind hinzuzugeben und die Lösung ist in einen 1 000-ml-Messkolben (6.3) zu überführen. Mit dem Prüfwasser (5.1) ist bis zur Marke zu verdünnen und zu vermischen.

5.7 Stammlösungen

5.7.1 Natriumchlorid, Kaliumchlorid und Calciumkarbonat sind bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ für 2 h zu trocknen. Mit dem Prüfwasser (5.1) sind direkt von den Chloriden und vom Calciumkarbonat nach dem Auflösen in der Mindestmenge an Salzsäure wässrige Stammlösungen herzustellen, so dass alle Lösungen Konzentrationen von 1 mg/ml haben, berechnet jeweils als Natriumoxid, Kaliumoxid und Calciumoxid.

5.7.2 Handelsüblich verfügbare Standardlösungen dürfen ebenfalls verwendet werden.

5.8 Standardlösungen

5.8.1 Durch Verdünnung der Stammlösungen (5.7) mit dem Prüfwasser (5.1) sind Standardlösungen herzustellen, um Konzentrationen zu erhalten, die für die Herstellung der Referenzlösungen in einer geeigneten Weise geeignet sind, z. B. jeweils mit Konzentrationen von 20 µg/ml Natriumoxid, Kaliumoxid oder Calciumoxid.

5.8.2 Handelsüblich verfügbare Standardlösungen dürfen ebenfalls verwendet werden.

5.9 Referenzlösungen

Die Referenzlösungen zum Erstellen der Kalibrierkurve (Reihe von Kalibrierlösungen) müssen durch Verdünnung geeigneter konzentrierter Standardlösungen (5.8) mit dem Prüfwasser (5.1) hergestellt werden. Sie müssen für den optimalen Arbeitsbereich der spezifischen Elemente entsprechend dem angewendeten Messgerät gelten. Typische Konzentrationsbereiche der Referenzlösungen sind:

- für die Bestimmung durch Flammen-Atomemissionsspektrometrie (FAES) von Natriumoxid und Kaliumoxid: bis zu 10 µg/ml;
- für die Bestimmung durch Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (FAAS) von Natriumoxid und Kaliumoxid: bis zu 3 µg/ml;

- für die Bestimmung durch Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (FAAS) von Calciumoxid: bis zu 7 µg/ml;

Bei der Messung der Behälter mit der Wasserbeständigkeit der Behälterklassen HC_F 1, HC_F 2 oder HC_F B (Borosilicatglas oder widerstandsfähigere Gläser) müssen die Referenzlösungen ohne Zugabe der spektrochemischen Pufferlösung (5.6) verwendet werden.

Trotzdem ist es empfehlenswert, falls die Prüfung für Schiedsspruchverfahren erfolgt, dass die spektrochemische Pufferlösung ebenfalls zu diesen Behälterklassen hinzugegeben wird.

Bei der Messung der Behälter mit der Wasserbeständigkeit der Behälterklassen HC_F 3 oder HC_F D (Kalk-Natron-Silicatglas) müssen die Referenzlösungen einen Volumenanteil von 5 % (V/V) der spektrochemischen Pufferlösung (5.6) enthalten.

6 Geräte

Gewöhnliche Laborgeräte und solche nach 6.1 bis 6.6.

6.1 Autoklav oder Dampf-Sterilisator, geeignet einem Druck von mindestens 250 kPa (2,5 bar) zu widerstehen und den in 8.3 festgelegten Autoklavierzyklus durchzuführen. Er muss zur Aufrechterhaltung einer Temperatur von $(121 \pm 1)^\circ\text{C}$ geeignet sein, ausgerüstet mit einem kalibrierten Thermometer oder einem kalibrierten Thermoelement mit Aufzeichnungsgerät, einem Druckmesser und einem Entlüftungshahn.

Falls notwendig und angebracht müssen der Autoklavbehälter und die Zusatzausrüstung vor der Verwendung des Prüfwassers nach 5.1 sorgfältig gereinigt werden, um eine Verunreinigung zu vermeiden, die die Prüfergebnisse beeinflussen kann.

Die aktuellen Autoklaven-Modelle sind nicht mit einem Entlüftungshahn, der manuell bedienbar ist, ausgestattet. Der Anwender wird auf die Benutzeranweisungen und/oder technischen Beschreibung hinsichtlich der Funktionsweise des Entlüftungsvorganges verwiesen, die von dem Hersteller des Autoklaven zur Verfügung gestellt wird. Ein Zeit-/Temperatursausdruck kann als Nachweis für eine korrekte Entlüftungsphase verwendet werden.

Für Autoklaven, die einen Dampf-Sterilator verwenden, ist es nicht notwendig die Temperatur für 10 min bei 100 °C zu halten.

6.2 Büretten, mit einem für das analytische Verfahren geeigneten Fassungsvermögen und entsprechend den in ISO 385 für Büretten der Klasse A festgelegten Anforderungen und hergestellt aus Glas der Klasse HGA 1 der Wasserbeständigkeit von Glasgrieß, wie in ISO 719 oder ISO 720¹ festgelegt.

6.3 Messkolben mit einer Marke, mit einem Nennvolumen von 1 000 ml und den Anforderungen an Messkolben der Klasse A in ISO 1042 entsprechend.

6.4 Wasserbad, dazu geeignet auf etwa 80 °C erhitzt zu werden.

6.5 Gerät für die Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (FAAS) oder Flammen-Atomemissions-spektrometrie (FAES)

¹⁾ Glas mit der Klasse ISO 719-HGB 1 der Wasserbeständigkeit von Glasgrieß erfüllt angemessen die Anforderungen der in ISO 720 festgelegten Klasse HGA 1.

FAAS-Geräte müssen mit Linienquellen für Natrium, Kalium und Calcium ausgerüstet sein; sie müssen für die Messung von Natrium und Kalium mit Anschlüssen und Brennern für Luft/Propangas oder Luft/Acetylgas und für die Messung von Calcium mit einem Anschluss und Brenner für Distickstoffoxid/Acetylgas ausgerüstet sein.

FAES-Geräte müssen für die Messung von Natrium und Kalium mit Anschlüssen und Brennern für Luft/Propangas oder Luft/Acetylgas ausgerüstet sein.

6.6 Bechergläser, mit einem geeigneten Fassungsvermögen und entsprechend den in ISO 3819 festgelegten Anforderungen.

Vor dem ersten Gebrauch muss jeder Kolben vorbehandelt werden, indem er mit gereinigtem Wasser (5.6) gefüllt und dem Autoklavieren bei 121 °C für mindestens 1 h ausgesetzt wird (siehe 8.3).

6.7 Metall-Folie, z.B. aus Aluminium oder rostfreiem Stahl hergestellt.

7 Probenvorbereitung

7.1 Probengröße

Für jedes zu prüfende Behälterfassungsvermögen ist in Tabelle 1 die Anzahl der einzeln zu messenden Behälter festgelegt.

Tabelle 1 — Anzahl der Behälter für die Bestimmung der Wasserbeständigkeit durch Verfahren der Flammenspektrometrie

Fassungsvermögen des Behälters [Volumen entsprechend dem Füllvolumen (siehe 7.2)] ml	Anzahl der einzeln zu messenden Behälter	Zusatzbehälter für die verlangten Vormessungen
≤ 2	20	2
$> 2 \leq 5$	15	2
$> 5 \leq 30$	10	2
$> 30 \leq 100$	5	1
> 100	3	1

7.2 Bestimmung des Füllvolumens

7.2.1 Behälter mit Flachboden mit einem Mündungsdurchmesser ≤ 20 mm (mit Ausnahme von Ampullen, Spritzen und Karpulen)

Sechs Behälter (mit einem Fassungsvermögen ≤ 100 ml) oder drei Behälter (mit einem Fassungsvermögen > 100 ml) werden willkürlich von der Probencharge ausgewählt und jeglicher Schmutz oder Staub sind durch Schütteln der Behälter zu entfernen. Die trockenen Behälter sind auf Raumtemperatur zu konditionieren. Jeder leere Behälter ist bei Behältern mit einem Nennvolumen ≤ 30 ml auf 0,01 g zu wiegen und auf 0,1 g bei Behältern mit einem Nennvolumen > 30 ml. Die Behälter sind auf eine horizontale Fläche zu stellen und sie sind bis fast an die Oberkante mit gereinigtem Wasser (5.5) unter Vermeidung des Überlaufens und des Einschlusses von Luftblasen zu füllen. Der Füllstand ist jeweils bis zum