



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14233.1—2008  
代替 GB/T 14233.1—1998

## 医用输液、输血、注射器具检验方法 第 1 部分：化学分析方法

Test methods for infusion, transfusion, injection equipments for medical use—  
Part 1: Chemical analysis methods

2008-11-03 发布

2009-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 目 次

前言 .....	I
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 通则 .....	1
4 检验液制备 .....	1
5 检验液溶出物分析方法 .....	3
6 材料中重金属总含量分析方法 .....	10
7 材料中部分重金属元素含量分析方法 .....	10
8 炽灼残渣 .....	11
9 环氧乙烷残留量测定——气相色谱法 .....	11
10 环氧乙烷残留量分析——比色分析法 .....	13
参考文献 .....	15

## 前 言

GB/T 14233《医用输液、输血、注射器具检验方法》分为两部分：

- 第1部分：化学分析方法；
- 第2部分：生物学试验方法。

本部分是GB/T 14233的第1部分。

本部分代替GB/T 14233.1—1998《医用输液、输血、注射器具检验方法 第1部分：化学分析方法》。鉴于GB/T 14233.1—1998已被诸多产品标准广泛引用，为避免由于标准条款号的改动而引起混乱，在本次修订中尽量保持与原标准的条款号对应，对需要修改的内容在原条款处进行了修改，新增内容在原序号基础上增加新的序号和方法。

本部分与GB/T 14233.1—1998相比主要变化如下：

- 修改了溶液配制及表述方法；
- 增加了使用时间较短(不超过24 h)体积较大的不规则产品、使用时间较长(超过24 h)的不规则形状产品和吸水性材料的检验液制备方法；
- 增加了浊度和色泽试验方法；
- 修改了氯化物、酸碱度、重金属、铵、锌、灼烧残渣、环氧乙烷残留量试验方法；
- 增加了原子荧光光谱试验方法；
- 取消了硫酸盐试验方法。

本部分由国家食品药品监督管理局提出。

本部分由全国医用输液器具标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家食品药品监督管理局济南医疗器械质量监督检验中心。

本部分主要起草人：骆红宇、潘华先、施燕平、孙光宇、李克芳、秦冬立、刘斌、刘莉莉、郭伦。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14233.1—1993；
- GB/T 14233.1—1998。

# 医用输液、输血、注射器具检验方法

## 第 1 部分：化学分析方法

### 1 范围

GB/T 14233 的本部分规定了医用输液、输血、注射器具化学分析方法。

本部分适用于医用高分子材料制成的医用输液、输血、注射及配套器具的化学分析,其他医用高分子制品的化学分析亦可参照采用。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14233 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

中华人民共和国药典(2005 年版)二部

### 3 通则

- 3.1 本部分的所有分析都以两个平行试验组进行,其结果应在允许相对偏差限度内,以算术平均值为测定结果,如一份合格,另一份不合格,不得平均计算,应重新测定。
- 3.2 若无特殊规定,本部分中所用试剂均为分析纯。
- 3.3 若无特殊规定,本部分中试验用水均应符合 GB/T 6682 中二级水的要求。
- 3.4 本部分中所用术语“室温”指 10 °C~30 °C。
- 3.5 本部分中所用术语“精确称重”指称重精确到 0.1 mg。
- 3.6 本部分中所用术语“精确量取”指用符合相应国家标准规定的准确度要求的移液管量取。
- 3.7 重量法恒重系指供试品连续两次炽灼或干燥后的重量之差不得超过 0.3 mg。
- 3.8 若无特殊规定,本部分所用玻璃容器均为硅硼酸盐玻璃容器。

### 4 检验液制备

- 4.1 制备检验液应尽量模拟产品使用过程中所经受的条件(如产品的应用面积、时间、温度等)。模拟浸提时间应不少于产品正常使用时间。当产品的使用时间较长时(超过 24 h),应考虑采用加速试验条件制备检验液,但需对其可行性和合理性进行验证。
- 4.2 制备检验液所用的方法应尽量使样品所有被测表面都被萃取到。
- 4.3 推荐在表 1 中选择检验液制备方法。

表 1 检验液制备方法

序号	检验液制备方法	适用产品说明
1	取 3 套样品和玻璃烧瓶连成一循环系统,加入 250 mL 水并保持在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,通过一蠕动泵作用于一段尽可能短的医用硅橡胶管上,使水以 1 L/h 的流量循环 2 h,收集全部液体冷至室温作为检验液。 取同体积水置于玻璃烧瓶中,同法制备空白对照液。	使用时间较短(不超过 24 h)的体外输注管路产品。
2	取样品切成 1 cm 长的段,加入玻璃容器中,按样品内外总表面积( $\text{cm}^2$ )与水( $\text{mL}$ )的比为 2:1 的比例加水,加盖后,在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下放置 24 h,将样品与液体分离,冷至室温,作为检验液。 取同体积水置于玻璃容器中,同法制备空白对照液。	使用时间较短(不超过 24 h)的体内导管。
3	取样品的厚度均匀部分,切成 $1\text{ cm}^2$ 的碎片,用水洗净后晾干,然后加入玻璃容器中,按样品内外总表面积( $\text{cm}^2$ )与水( $\text{mL}$ )的比为 5:1(或 6:1)的比例加水,加盖后置于压力蒸汽灭菌器中,在 $121\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热 30 min,加热结束后将样品与液体分离,冷至室温作为检验液。 取同体积水置于玻璃容器中,同法制备空白对照液。	使用时间较长(超过 24 h)的产品。
4	样品中加水至公称容量,在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下恒温 8 h(或 1 h)将样品与液体分离,冷至室温,作为检验液。 取同体积水置于玻璃容器中,同法制备空白对照液。	使用时间很短(不超过 1 h)的容器类产品。
5	样品中加水至公称容量,在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下恒温 24 h,将样品与液体分离,冷至室温,作为检验液。 取同体积水置于玻璃容器中,同法制备空白对照液。	使用时间较短(不超过 24 h)的容器类产品。
6	取样品,按每个样品加 10 mL(或按样品适当重量如 $0.1\text{ g} \sim 0.2\text{ g}^a$ 加 1 mL)的比例加水,在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下恒温 24 h(或 8 h 或 1 h),将样品与液体分离,冷至室温,作为检验液。 取同体积水置于玻璃容器中,同法制备空白对照液。	使用时间较短(不超过 24 h)的小型不规则产品。
7	取样品,按样品适当重量如 $0.1\text{ g} \sim 0.2\text{ g}^a$ 加 1 mL 的比例加水,在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下恒温 24 h(或 8 h 或 1 h),将样品与液体分离,冷至室温,作为检验液。 取同体积水置于玻璃容器中,同法制备空白对照液。	使用时间较短(不超过 24 h)、体积较大的不规则产品。
8	取样品,按 $0.1\text{ g} \sim 0.2\text{ g}^a$ 样品加 1 mL 的比例加水, $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下,浸提 72 h(或 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下浸提 72 h,或 $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下浸提 24 h),将样品与液体分离,冷至室温,作为检验液。 取同体积水置于玻璃容器中,同法制备空白对照液。	使用时间较长(超过 24 h)的不规则形状产品。
9	取样品,按样品重量( $\text{g}$ )或表面积( $\text{cm}^2$ )加除去吸水量以外适当比例的水, $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下,浸提 24 h(或 72 h 或 8 h 或 1 h),将样品与液体分离,冷至室温,作为检验液。 取同体积水置于玻璃容器中,同法制备空白对照液。	吸水性材料的产品。
注 1: 若使用括号中的样品制备条件,应在产品标准中注明。		
注 2: 温度的选择宜考虑临床使用可能经受的最高温度,若为聚合物,温度应选择玻璃化温度以下。		
<sup>a</sup> 0.1 g/mL 比例适用于不规则形状低密度孔状的固体产品;0.2 g/mL 比例适用于不规则形状的固体产品。		

## 5 检验液溶出物分析方法

### 5.1 浊度和色泽

#### 5.1.1 浊度

##### 5.1.1.1 溶液配制

**硫酸肼溶液:**称取 105 °C 干燥至恒重的硫酸肼 1.00 g, 置 100 mL 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 放置 4 h 至 6 h。

**六亚甲基四胺溶液:**在 100 mL 具塞玻璃瓶中, 用 25 mL 的水溶解 2.5 g 六亚甲基四胺。

**初级乳色悬浮液:**向六亚甲基四胺溶液中加入 25 mL 硫酸肼溶液, 混合后放置 24 h。该悬浮液贮存在无表面缺陷的玻璃容器中可保持稳定两个月。悬浮液不应粘附到玻璃容器上, 使用前应充分混合。

**乳色标准液:**加水稀释 15 mL 初级乳色悬浮液至 1 000 mL。该悬浮液应是新制备的, 存放至多 24 h。

**对照悬浮液:**按表 2 制备对照悬浮液, 使用前振荡混匀。

表 2 对照悬浮液

单位为毫升

对照悬浮液	0.5	1	2	3	4
乳色标准液	2.50	5.0	10.0	30.0	50.0
水	97.50	95.0	90.0	70.0	50.0

##### 5.1.1.2 试验步骤

###### 5.1.1.2.1 方法一

使用无色、透明、内径为 15 mm~25 mm 的中性玻璃平底试管, 比较检验液和按上述新制备的对照悬浮液, 试管内液体层深 40 mm。制备好对照悬浮液放置 5 min 后, 在漫射日光下, 垂直于黑色背景观察溶液。

###### 5.1.1.2.2 方法二

在室温条件下, 将检验液与等量的对照悬浮液分别置于无色、透明、内径为 15 mm~16 mm 的中性玻璃平底试管中, 制备好对照悬浮液放置 5 min 后, 在暗室内垂直同置于伞棚灯下, 照度为 1 000 lx, 从水平方向观察比较。

#### 5.1.2 色泽

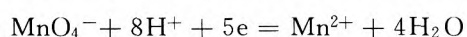
按《中华人民共和国药典(2005年版)二部》中附录 IX A 溶液颜色检查法进行。

### 5.2 还原物质(易氧化物)

#### 5.2.1 方法一: 直接滴定法

##### 5.2.1.1 原理

高锰酸钾是强氧化剂, 在酸性介质中, 高锰酸钾与还原物质作用,  $\text{MnO}_4^-$  被还原成  $\text{Mn}^{2+}$  :



##### 5.2.1.2 溶液配制

**硫酸溶液:**量取 128 mL 硫酸, 缓缓注入 500 mL 水中, 冷却后稀释至 1 000 mL。

草酸钠溶液 [ $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ]：称取 105 °C ~ 110 °C 干燥恒重的草酸钠 6.700 g，加水溶解并稀释至 1 000 mL。

草酸钠溶液 [ $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$ ]：临用前取草酸钠溶液 [ $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ]加水稀释 10 倍。

高锰酸钾标准滴定溶液 [ $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ]：按 GB/T 601 中方法进行配制和标定。

高锰酸钾标准滴定溶液 [ $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$ ]：临用前，取高锰酸钾标准滴定溶液 [ $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ]加水稀释 10 倍。必要时煮沸，放冷，过滤，再标定其浓度。

### 5.2.1.3 试验步骤

精确量取检验液 20 mL，置于锥形瓶中，精确加入产品标准中规定浓度的高锰酸钾标准滴定溶液 3 mL，硫酸溶液 5 mL，加热至沸并保持微沸 10 min，稍冷后精确加入对应浓度的草酸钠溶液 5 mL，置于水浴上加热至 75 °C ~ 80 °C，用规定浓度的高锰酸钾标准滴定溶液滴定至显微红色，并保持 30 s 不褪色为终点，同时与同批空白对照液相比较。

注： $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$  高锰酸钾标准滴定溶液对应  $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$  草酸钠溶液；  
 $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$  高锰酸钾标准滴定溶液对应  $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$  草酸钠溶液。

### 5.2.1.4 结果计算

还原物质(易氧化物)含量以消耗高锰酸钾溶液的量表示，按式(1) 计算：

$$V = \frac{(V_s - V_0)c_s}{c_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- V——消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- $V_s$ ——检验液消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- $V_0$ ——空白液消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- $c_s$ ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- $c_0$ ——标准中规定的高锰酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)。

### 5.2.2 方法二：间接滴定法

#### 5.2.2.1 原理

水浸液中含有的还原物质在酸性条件下加热时，被高锰酸钾氧化，过量的高锰酸钾将碘化钾氧化成碘，而碘被硫代硫酸钠还原。

#### 5.2.2.2 溶液配制

硫酸溶液：量取 128 mL 硫酸，缓缓注入 500 mL 水中，冷却后稀释至 1 000 mL。

高锰酸钾溶液 [ $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ]：同 5.2.1.2。

高锰酸钾溶液 [ $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$ ]：同 5.2.1.2。

淀粉指示液：称取 0.5 g 淀粉溶于 100 mL 水中，加热煮沸后冷却备用。

硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ]：按 GB/T 601 中方法进行配制和标定。

硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$ ]：临用前取硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ]用新煮沸并冷却的水稀释 10 倍。



### 5.2.2.3 试验步骤

精确量取检验液 10 mL<sup>1)</sup>, 加入 250 mL 碘量瓶中, 精密加入硫酸溶液 1 mL<sup>2)</sup> 和产品标准中规定浓度的高锰酸钾溶液 10 mL<sup>2)</sup>, 煮沸 3 min, 迅速冷却, 加碘化钾 0.1 g<sup>2)</sup>, 密塞, 摇匀。立即用相同浓度的硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色, 再加 5 滴淀粉指示液, 继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至无色。

用同样的方法滴定空白对照液。

### 5.2.2.4 结果计算

还原物质(易氧化物)的含量以消耗高锰酸钾溶液的量表示, 按式(2) 计算:

$$V = \frac{(V_0 - V_s)c_s}{c_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V——消耗高锰酸钾溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V<sub>s</sub>——检验液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V<sub>0</sub>——空白液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

c<sub>s</sub>——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

c<sub>0</sub>——标准中规定的高锰酸钾标准滴定溶液[c(1/5KMnO<sub>4</sub>)]的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L)。

## 5.3 氯化物

### 5.3.1 原理

氯离子在酸性条件下与硝酸银反应生成氯化银沉淀。

### 5.3.2 溶液配制

氯标准贮备液(0.1 mg/mL): 称取 500 °C ~ 600 °C 灼烧至恒重的氯化钠 0.165 g, 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。

氯标准溶液: 临用前精确量取氯标准贮备液稀释至所需浓度。

硝酸银试液(17.5 g/L): 称取硝酸银 1.75 g, 溶于水, 稀释至 100 mL, 贮存于棕色瓶中。

硝酸溶液: 取 105 mL 硝酸, 用水稀释至 1 000 mL。

### 5.3.3 试验步骤

精确量取检验液 10 mL, 加入 50 mL 纳氏比色管中, 加 10 mL 稀硝酸(溶液若不澄清, 过滤, 滤液置于 50 mL 纳氏比色管中), 加水使成约 40 mL, 即得供试液。

精确量取 10 mL 氯标准溶液至另一支 50 mL 纳氏比色管中, 加 10 mL 稀硝酸, 加水使成约 40 mL, 摇匀, 即得标准对照液。

在以上两试管中分别加入硝酸银试液 1.0 mL, 用水稀释至 50 mL, 在暗处放置 5 min, 置黑色背景上从比色管上方观察。供试液与标准对照液比浊。

供试溶液如带颜色, 除另有规定外, 可取供试溶液两份, 分置 50 mL 纳氏比色管中, 一份中加硝酸银试液 1.0 mL, 摇匀, 放置 10 min, 如显浑浊, 可反复过滤至滤液完全澄清, 再加规定量的氯标准溶液与水适量使成 50 mL, 摇匀, 在暗处放置 5 min, 作为对照液; 另一份中加硝酸银试液 1.0 mL 与水适量使成 50 mL, 摇匀在暗处放置 5 min, 按上述方法与对照溶液比较, 即得。

## 5.4 酸碱度

### 5.4.1 方法一

取检验液和空白对照液, 用酸度计分别测定其 pH 值, 以两者之差作为检验结果。

1) 也可取检验液 20 mL。

2) 检验液取 20 mL 时, 高锰酸钾溶液也加 20 mL, 硫酸溶液加 2 mL, 碘化钾加 1.0 g。



## 5.4.2 方法二

## 5.4.2.1 溶液配制

氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ ]:按 GB/T 601 的规定配制及标定。

氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ ]:临用前取氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ ]加水稀释 10 倍。

盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ ]:按 GB/T 601 的规定配制及标定。

盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ ]:临用前取盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ ]加水稀释 10 倍。

Tashiro 指示剂:溶解 0.2 g 甲基红和 0.1 g 亚甲基蓝于 100 mL 乙醇(体积分数为 95%)中。

## 5.4.2.2 试验步骤

精确量取 20 mL 检验液置 100 mL 磨口瓶中,加入 0.1 mL Tashiro 指示剂,如果溶液颜色呈紫色,则用氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ ]滴定;如果呈绿色,则用盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ ]滴定,直至显灰色。以消耗氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ ]或盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ ]的体积(以毫升为单位)作为检验结果。

## 5.4.3 方法三

## 5.4.3.1 溶液配制

氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ ]:同 5.4.2.1。

氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ ]:同 5.4.2.1。

盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ ]:同 5.4.2.1。

盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ ]:同 5.4.2.1。

酚酞指示液(10 g/L):称取 1 g 酚酞,溶于乙醇(体积分数为 95%)并稀释至 100 mL。

甲基红指示液(1 g/L):称取 0.1 g 甲基红,溶于乙醇(体积分数为 95%)并稀释至 100 mL。

## 5.4.3.2 试验步骤

向 10 mL 检验液中加入 2 滴酚酞指示液,溶液不应呈红色。加入 0.4 mL 的氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ ],应呈红色。加入 0.8 mL 盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ ],红色应消失。加入 5 滴甲基红指示液,溶液应呈红色。

## 5.5 蒸发残渣

## 5.5.1 试验步骤

蒸发皿预先在 105 °C 干燥至恒重。量取检验液 50 mL 加入蒸发皿中,在水浴上蒸干并在 105 °C 恒温箱中干燥至恒重。同法测定空白对照液。

## 5.5.2 结果计算

按式(3)计算蒸发残渣:

$$m = [(m_{12} - m_{11}) - (m_{02} - m_{01})] \times 1000 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$m$ ——蒸发残渣的质量,单位为毫克(mg);

$m_{11}$ ——未加入检验液的蒸发皿质量,单位为克(g);

$m_{12}$ ——加入检验液的蒸发皿质量,单位为克(g);

$m_{01}$ ——未加入空白液的蒸发皿质量,单位为克(g);

$m_{02}$ ——加入空白液的蒸发皿质量,单位为克(g)。

## 5.6 重金属总含量

## 5.6.1 方法一

## 5.6.1.1 原理

在弱酸性溶液中,铅、铬、铜、锌等重金属能与硫代乙酰胺作用生成不溶性有色硫化物。以铅为代表制备标准溶液进行比色,测定重金属的总含量。

## 5.6.1.2 试剂及溶液配制

乙酸盐缓冲液(pH3.5):取乙酸铵 25 g,加水 25 mL 溶解后,加盐酸液(7 mol/L)38 mL,用盐酸液

(2 mol/L)或氨溶液(5 mol/L)准确调节 pH 值至 3.5(电位法指示),用水稀释至 100 mL,即得。

硫代乙酰胺试液:取硫代乙酰胺 4 g,加水使溶解成 100 mL,置冰箱中保存。临用前取混合液[由氢氧化钠(1 mol/L)15 mL,水 5.0 mL 及甘油 20 mL 组成]5.0 mL,加上述硫代乙酰胺溶液 1.0 mL,置水浴上加热 20 s,冷却,立即使用。

铅标准贮备液(0.1 mg/mL):称取硝酸铅 0.160 g,用 10 mL 硝酸溶液(1+9)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

铅标准溶液:临用前,精确量取铅标准贮备液稀释至所需浓度。

### 5.6.1.3 试验步骤

精确量取检验液 25 mL<sup>3)</sup>于 25 mL 纳氏比色管中,另取一支 25 mL 纳氏比色管,加入铅标准液 25 mL,于上述两支比色管中分别加入乙酸盐缓冲液(pH3.5)2 mL,再分别加入硫代乙酰胺试液 2 mL,摇匀,放置 2 min,置白色背景下从上方观察,比较颜色深浅。

检验液如显色,可在标准对照液中加入少量稀焦糖溶液或者其他无干扰的有色溶液,使之与检验液颜色一致。再在检验液和标准对照液中各加入 2 mL 硫代乙酰胺试液,摇匀,放置 2 min。在白色背景下从上方观察,比较颜色深浅。

## 5.6.2 方法二

### 5.6.2.1 原理

在碱性溶液中,铅、铬、铜、锌等重金属能与硫化钠作用生成不溶性有色硫化物。以铅为代表制备标准溶液进行比色,测定重金属的总含量。

### 5.6.2.2 溶液配制

氢氧化钠试液(43 g/L):取氢氧化钠 4.3 g,加水使溶解成 100 mL,即得。

硫化钠试液(100 g/L):临用前,称取硫化钠 1 g,加水使溶解成 10 mL,即得。

铅标准贮备液(0.1 mg/mL):同 5.6.1.2。

铅标准溶液:同 5.6.1.2。

### 5.6.2.3 试验步骤

精确量取检验液 25 mL 于 25 mL 纳氏比色管中,另取一支 25 mL 纳氏比色管,加入铅标准液 25 mL,于上述两支比色管中分别加入氢氧化钠试液 5 mL,再分别加入硫化钠试液 5 滴,摇匀,置白色背景下从上方观察,比较颜色深浅。

## 5.7 紫外吸光度

取检验液,必要时用 0.45 μm 的微孔滤膜过滤,在 5 h 内用 1 cm 比色皿以空白对照液为参比,在规定的波长范围内测定吸光度。

## 5.8 铵

### 5.8.1 原理

铵离子在碱性溶液中能与纳氏试剂反应生成黄色物质,通过与标准对照液比色,测定其铵含量。

### 5.8.2 溶液配制

氢氧化钠溶液(40 g/L):称取 4.0 g 氢氧化钠,用水溶解并稀释至 100 mL。

纳氏试剂(碱性碘化汞钾试液):取碘化钾 10 g,加水 10 mL 溶解后,缓缓加入二氯化汞的饱和水溶液,随加随搅拌,至生成的红色沉淀不再溶解,加氢氧化钾 30 g 溶解后,再加二氯化汞的饱和水溶液 1 mL 或 1 mL 以上,并用适量的水稀释使成 200 mL,静置,使沉淀,即得,用时倾取上清液使用。检查:取本液 2 mL,加入含氨 0.05 mg 的水 50 mL 中,应即时显黄棕色。

铵标准贮备液(0.1 mg/mL):称取 0.297 g 于 105 °C~110 °C 干燥至恒重的氯化铵,用水溶解并稀释至 1 000 mL。

3) 检验液也可取 10 mL,则铅标准液加入量为 10 mL。

铵标准溶液:临用前精确量取铵标准贮备液稀释至所需浓度。

5.8.3 试验步骤

精确量取 10 mL 检验液于 25 mL 纳氏比色管中,另取一支 25 mL 纳氏比色管,加入铵标准溶液 10 mL,于上述两支比色管中分别加入 2 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L),使溶液呈碱性。随后用蒸馏水稀释至 15 mL,加入 0.3 mL 纳氏试剂。

30 s 后进行检查,比较检验液与对照液颜色深浅。

5.9 部分重金属元素

5.9.1 原子吸收分光光度计法

5.9.1.1 仪器

原子吸收分光光度计,使用时应按仪器说明书操作。

5.9.1.2 分析方法(标准曲线法)

在仪器推荐的浓度范围内,制备至少 5 个含待测元素且浓度依次递增的标准溶液,以配制标准溶液用的溶剂将吸光度调零。然后依次测定各标准溶液的吸光度,相对于浓度作标准曲线。

测定检验液和空白对照液,根据吸光度在标准曲线上查出相应浓度,计算元素的含量。

注:用原子吸收光谱法测定重金属的含量时可通过蒸发试验液使其浓缩来提高检测范围。对每种金属的测定,都向 250 mL 的试验液中加入 2.5 mL 硝酸溶液(10 g/L)。

5.9.2 比色分析法

5.9.2.1 锌

5.9.2.1.1 原理

锌与锌试剂反应显色在 620 nm 处测定吸光度。

5.9.2.1.2 溶液配制

氯化钾溶液(7.455 g/L):称取 7.455 g 氯化钾,加水稀释至 1 000 mL。

氢氧化钠溶液(4 g/L):称取 4.000 g 氢氧化钠,加水稀释至 1 000 mL。

硼酸氯化钾缓冲液(pH=9.0):称取硼酸 3.090 g 加氯化钾溶液(7.455 g/L)500 mL 使溶解,再加氢氧化钠溶液(4 g/L)210 mL,即得。

氢氧化钠试液(40 g/L):称取 4.00 g 氢氧化钠,用水溶解,稀释至 100 mL。

锌试剂溶液:取 0.130 g 锌试剂,加 2 mL 氢氧化钠试液溶解,用水稀释至 100 mL。

锌标准贮备液(0.1 mg/mL):称取 0.440 g 硫酸锌(ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

锌标准溶液:临用前精确量取锌标准贮备液稀释至所需浓度。

5.9.2.1.3 试验步骤

精确量取检验液 5 mL 置 10 mL 量瓶中,加 2 mL 硼酸氯化钾缓冲液与 0.6 mL 锌试剂溶液,用水稀释至刻度,放置 1 h。

精确量取空白液 5 mL 置 10 mL 量瓶中,加 2 mL 硼酸氯化钾缓冲液与 0.6 mL 锌试剂溶液,用水稀释至刻度,放置 1 h,即为测定吸光度用参比溶液。

精确量取 5 mL 锌标准溶液,同法制成标准对照液,摇匀,放置 1 h,置 1 cm 比色皿中,在 620 nm 波长处测定吸光度。以参比液调零点。

5.9.2.1.4 结果计算

根据测得吸光度值,按式(4)计算检验液相应重金属含量:

$$c_s = \frac{A_s}{A_r} c_r \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$c_s$ ——检验液相应重金属的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$c_r$ ——标准对照液相应重金属的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$A_s$ ——检验液吸光度;

$A_r$ ——标准对照液吸光度。

## 5.9.2.2 铅

### 5.9.2.2.1 原理

铅离子在弱碱性(pH8.6~11)条件下与双硫脲三氯甲烷溶液生成红色络合物。

### 5.9.2.2.2 试剂及溶液配制

双硫脲三氯甲烷贮备液(1.0 g/L):称取0.10 g双硫脲溶解于三氯甲烷中,稀释至100 mL,贮存于棕色瓶中,置冰箱内保存。如双硫脲不纯,可用下述方法纯化:称取0.20 g双硫脲,溶于100 mL三氯甲烷,经脱脂棉过滤于250 mL漏斗中,每次用20 mL体积分数为3%的氨水反复萃取数次,直至三氯甲烷相几乎无绿色为止。合并水相至另一分液漏斗中,每次用10 mL三氯甲烷洗涤水相两次。弃去三氯甲烷相,水相用体积分数为10%的硫酸酸化至双硫脲析出,再每次用100 mL三氯甲烷萃取两次,合并三氯甲烷相,倒入棕色瓶中。

吸光度0.15的双硫脲三氯甲烷溶液:临用前取适量双硫脲三氯甲烷贮备液,用三氯甲烷稀释至吸光度为0.15(波长510 nm,1 cm比色皿)。

酚红指示液(1 g/L):称取0.1 g酚红,溶于100 mL乙醇中即得。

柠檬酸铵溶液(500 g/L):取50 g柠檬酸铵溶于100 mL水中,以酚红为指示剂,用氨水碱化(pH 8.5~9),用双硫脲三氯甲烷贮备液提取,每次20 mL,至双硫脲绿色不变为止。弃去三氯甲烷层,水层再用三氯甲烷分次洗涤,每次25 mL,至三氯甲烷层无色为止,弃去三氯甲烷层,取水层。

氰化钾溶液(100 g/L):称取10 g氰化钾溶于水,并稀释至100 mL。如试剂不纯,应先将10 g氰化钾溶于20 mL水中,按柠檬酸铵溶液(500 g/L)纯化的方法进行纯化后稀释至100 mL。

盐酸羟胺溶液(100 g/L):称取10 g盐酸羟胺,溶于水中,稀释至100 mL,如试剂不纯,按柠檬酸铵溶液(500 g/L)纯化的方法进行纯化。

铅标准贮备液(0.1 mg/mL):称取硝酸铅0.160 g,用10 mL硝酸溶液(1+9)溶解,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,作为标准贮备液。

铅标准溶液:临用前精确量取铅标准贮备液,稀释至所需浓度。

### 5.9.2.2.3 试验步骤

精确量取检验液50 mL,加入250 mL分液漏斗中,另取1 mL铅标准溶液加入另一支250 mL分液漏斗中,加空白对照液稀释至50 mL。向两支分液漏斗中各加0.2 mL盐酸、3滴酚红指示液、2滴盐酸羟胺溶液、2 mL柠檬酸铵溶液,混匀。用氨水调节pH值至8.5~9(溶液由黄色变成红色),加入1 mL氰化钾溶液、10 mL双硫脲三氯甲烷溶液,振摇2 min,静置分层。放出双硫脲三氯甲烷液于比色管中,在20 min~60 min内用分光光度计在510 nm处测定吸光度。以空白液调零点。

### 5.9.2.2.4 结果计算

根据测得吸光度值,按式(4)计算检验液相应重金属含量。

## 5.9.3 原子荧光光谱法

### 5.9.3.1 仪器

原子荧光光度计,使用时应按仪器说明书操作。

### 5.9.3.2 分析方法(标准曲线法)

在原子荧光光度计推荐的浓度范围内,制备至少5个含待测元素且浓度依次递增的标准溶液,然后以配制标准溶液用的溶剂为空白,依次测定各标准溶液的荧光强度,相对于浓度作标准曲线。

测定检验液和空白对照液,根据吸光度在标准曲线上查出相应浓度,计算元素的含量。



## 6 材料中重金属总含量分析方法

### 6.1 原理

在弱酸性溶液中，铅、镉、铜、锌等重金属能与硫代乙酰胺作用生成不溶性有色硫化物。用铅标准溶液作标准进行比色，可测定它们的总含量。

### 6.2 试剂及溶液配制

按 5.6.1.2 进行。

### 6.3 检验液制备

取样品 1 g~2 g 切成 5 mm×5 mm 碎片，放入瓷坩埚内，缓缓炽灼至完全炭化，放冷，加入 0.5 mL~1 mL 硫酸湿润，低温加热至硫酸蒸气消失后，加入硝酸 0.5 mL，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后放冷。再在 500 °C~600 °C 灼烧使之灰化，冷却后加入 2 mL 盐酸，置水浴上蒸干后加水 15 mL。加酚酞试液一滴，再滴入氨试液至上述溶液变成微红色为止。加乙酸盐缓冲液(pH3.5)2 mL 微热溶解后，将溶液转移至 25 mL 纳氏比色管中，加水使成 25 mL 检验液。

将加入 0.5 mL~1 mL 硫酸、0.5 mL 硝酸和 2 mL 盐酸的另一瓷坩埚置于水浴上使之蒸干后，加乙酸盐缓冲液(pH3.5)2 mL 与水 15 mL，微热溶解后将溶液转移至 25 mL 纳氏比色管中，加一定量铅标准溶液，再用水稀释成 25 mL 作为标准对照液。

### 6.4 试验步骤

在检验液和标准对照液中各加入 2 mL 硫代乙酰胺试液，摇匀，放置 2 min。在白色背景下从上方观察，比较颜色深浅。

注：检验液如显色，可在标准对照液中加入少量稀焦糖溶液或者其他无干扰的有色溶液，使之与样品液颜色一致。

## 7 材料中部分重金属元素含量分析方法

### 7.1 原子吸收分光光度计法

#### 7.1.1 仪器

原子吸收分光光度计，使用时应按仪器说明书操作。

#### 7.1.2 分析方法（标准曲线法）

在仪器推荐的浓度范围内，制备至少五个含待测元素且浓度依次递增的标准溶液，以配制标准溶液用的溶剂将吸光度调零。然后依次测定各标准溶液的吸光度，相对于浓度作标准曲线。

测定按 6.3 制备的检验液和空白对照液，根据吸光度在标准曲线上查出相应浓度，计算元素的含量。

### 7.2 比色分析方法

#### 7.2.1 检验液制备

取样品 1 g~2 g 切成 5 mm×5 mm 碎片，放入瓷坩埚内，缓缓炽灼至完全炭化，放冷，加入 0.5 mL~1 mL 硫酸湿润，低温加热至硫酸蒸气消失后，加入硝酸 0.5 mL，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后放冷。再在 500 °C~600 °C 灼烧使之灰化，冷却后加入 2 mL 盐酸，置水浴上蒸干后加水 15 mL。加酚酞试液一滴，再滴入氨试液至上述溶液变成微红色为止。加水使成 25 mL 检验液。

同法制备空白对照液。

#### 7.2.2 锌

取检验液和空白对照液按 5.9.2.1 规定的方法进行。

#### 7.2.3 铅

取检验液和空白对照液按 5.9.2.2 规定的方法进行。

### 7.3 原子荧光光谱法

#### 7.3.1 试样消解

7.3.1.1 湿消解:取样品 2 g,精确称重,切成 5 mm×5 mm 碎片,置 100 mL 锥形瓶中加硝酸 30 mL,硫酸 1.25 mL,摇匀后放置过夜,置电热板上加热消解。若消解液处理至 10 mL 左右时仍有未分解物质或色泽变深,取下放冷,补加硝酸 5 mL~10 mL,再消解至 10 mL 左右观察,如此反复两三次,注意避免炭化。冷却,加水 25 mL,再蒸发至冒硫酸白烟。冷却,用水将内容物转入 50 mL 容量瓶中,加水成 50 mL 检验液。同法制备空白对照液。

7.3.1.2 干灰化:取样品 1 g~2 g,精确称重,于坩埚中。加质量浓度为 150 g/L 硝酸镁溶液 10 mL 混匀,低热蒸干,将氧化镁 1 g 仔细覆盖在干渣上,炭化至无黑烟,再在 550 °C 灰化 4 h。取出放冷,小心加 10 mL 盐酸(1+1)以中和氧化镁并溶解灰分,转移至 50 mL 容量瓶中,加水成 50 mL 检验液。同法制备空白对照液。

7.3.1.3 其他方法:根据样品成分及工艺合理制定。

#### 7.3.2 仪器

原子荧光光度计,使用时应按仪器说明书操作。

#### 7.3.3 分析方法

在仪器推荐的浓度范围内,制备至少五个含待测元素且浓度依次递增的标准溶液,以配制标准溶液用的溶剂将吸光度调零。然后依次测定各标准溶液的吸光度,相对于浓度作标准曲线。

测定检验液和空白对照液,根据吸光度在标准曲线上查出相应浓度,计算元素的含量。

## 8 炽灼残渣

### 8.1 试验步骤

取样品 2 g~5 g 切成 5 mm×5 mm,置于已灼烧恒重的坩埚中,精确称重。在通风橱中缓缓灼烧至完全炭化,放冷。加 0.5 mL~1 mL 硫酸使其湿化,低温加热至硫酸蒸气除尽,在 700 °C~800 °C 灼烧至完全灰化。置于干燥器内放至室温,称重。再在 700 °C~800 °C 灼烧至恒重。

如需将残渣留作重金属检查,则灼烧温度应控制在 500 °C~600 °C。

### 8.2 结果计算

按式(5)计算炽灼残渣:

$$A = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

A——炽灼残渣,%;

$m_0$ ——样品加入前坩埚的质量,单位为克(g);

$m_1$ ——样品加入后坩埚的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——样品灼烧后坩埚的质量,单位为克(g)。

## 9 环氧乙烷残留量测定——气相色谱法

### 9.1 仪器

气相色谱仪,使用时应按仪器说明书操作。

### 9.2 分析方法

任何气相色谱分析方法,只要证明分析可靠,都可以使用。“分析可靠”是指当对一规定环氧乙烷(EO)残留量的器械进行测定时,所选择的分析方法具有足够的准确度、精密度、选择性、线性和灵敏度,且适合于所要分析的器械。

对不同的产品,需进行必要的方法学评价以确定所选择方法的可靠性。

### 9.3 样品浸提方法

#### 9.3.1 总则

有两种基本的样品浸提方法用于确定采用 EO 灭菌的医疗器械的 EO 残留量:模拟使用浸提法和极限浸提法。

模拟使用浸提法是指采用使浸提尽量模拟产品使用的方法。这一模拟过程使测量的 EO 残留量相当于患者使用该器械的实际 EO 摄入量。极限浸提法是指再次浸提测得的 EO 的量小于首次浸提测得值的 10%,或浸提到测得的累积残留量无明显增加。

宜在取样后制备浸提液,否则应将供试样品封于由聚四氟乙烯密封的金属容器中保存。

引用本部分方法时,若未规定浸提方法,则均按极限浸提方法进行。

#### 9.3.2 模拟使用浸提法

采用模拟使用浸提法时,应在产品标准中根据产品的具体情况,规定在最严格的预期使用条件下的浸提方法和采集方法。并尽量采用以下条件:

- a) 浸提介质:用水作为浸提介质;
- b) 浸提温度:整个或部分与人体接触的器械在 37 °C(人体温度)浸提,不直接与人体接触的器械在 25 °C(室温)浸提;
- c) 浸提时间:当确定浸提时间时,应考虑在推荐或预期使用最为严格的时间条件下进行,但不短于 1 h;
- d) 浸提表面:器械与药液或血液接触的表面。

#### 9.3.3 极限浸提法

极限浸提法包括热极限浸提法和溶剂极限浸提法。

本部分推荐以水为溶剂的极限浸提方法。

注:GB/T 16886.7 给出了环氧乙烷残留量测定的相关信息。

### 9.4 极限浸提法试验步骤

#### 9.4.1 供试液制备

取产品上与人体接触的 EO 相对残留含量最高的部件进行试验,截为 5 mm 长碎块(或 10 mm<sup>2</sup> 片状物),取 1.0 g 放入 20 mL 萃取容器中,精密加入 5 mL 水,密封,60 °C±1 °C 温度下平衡 40 min。

#### 9.4.2 环氧乙烷标准贮备液配制

取外部干燥的 50 mL 容量瓶,加入约 30 mL 水,加瓶塞,精确称重。用注射器注入约 0.6 mL 环氧乙烷,不加瓶塞,轻轻摇匀,盖好瓶塞,称重,前后两次称重之差,即为溶液中所含环氧乙烷重量。加水至刻度制成约含环氧乙烷 10 mg/mL 的溶液,作为标准贮备液。

#### 9.4.3 绘制标准曲线

用贮备液配制 1 μg/mL~10 μg/mL 六个系列浓度的标准溶液。精确量取 5 mL,置 20 mL 萃取容器中,密封,恒温(60 °C±1 °C)中平衡 40 min。

用进样器依次从平衡后的标准样迅速取上部气体,注入进样室,记录环氧乙烷的峰高(或面积)。绘出标准曲线(X:EO 浓度,μg/mL;Y:峰高或面积)。

#### 9.4.4 试验样品的测量

用进样器从平衡后的试样萃取容器中迅速取上部气体,注入进样室,记录环氧乙烷的峰高(或面积)。

根据标准曲线计算出样品相应的浓度。

如果所测样品结果不在标准曲线范围内,应改变标准溶液的浓度重新作标准曲线。

### 9.5 结果计算

环氧乙烷残留量用绝对含量或相对含量表示。

#### 9.5.1 按式(6)计算单位产品中环氧乙烷绝对含量:



$$W_{\text{EO}} = 5c m_1/m_2 \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- $W_{\text{EO}}$ ——单位产品中环氧乙烷绝对含量,单位为毫克(mg);  
 5——量取的浸提液体积,单位为毫升(mL);  
 $c$ ——标准曲线上找出的供试液相应的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );  
 $m_1$ ——单位产品的质量,单位为克(g);  
 $m_2$ ——称样量,单位为克(g)。

#### 9.5.2 按式(7)计算样品中环氧乙烷相对含量:

$$C_{\text{EO}} = 5c/m \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

- $C_{\text{EO}}$ ——产品中环氧乙烷相对含量,单位为微克每克( $\mu\text{g}/\text{g}$ );  
 5——量取的浸提液体积,单位为毫升(mL);  
 $c$ ——标准曲线上找出的供试液相应的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );  
 $m$ ——称样量,单位为克(g)。

### 10 环氧乙烷残留量分析——比色分析法

#### 10.1 原理

环氧乙烷在酸性条件下水解成乙二醇,乙二醇经高碘酸氧化生成甲醛,甲醛与品红-亚硫酸试液反应产生紫红色化合物,通过比色分析可求得环氧乙烷含量。

#### 10.2 溶液配制

0.1 mol/L 盐酸:取 9 mL 盐酸稀释至 1 000 mL。

高碘酸溶液(5 g/L):称取高碘酸 0.5 g,溶于水,稀释至 100 mL。

硫代硫酸钠溶液(10 g/L):称取硫代硫酸钠 1.0 g,溶于水,稀释至 100 mL。

亚硫酸钠溶液(100 g/L):称取 10.0 g 无水亚硫酸钠,溶于水,稀释至 100 mL。

品红-亚硫酸试液:称取 0.1 g 碱性品红,加入 120 mL 热水溶解,冷却后加入 10% 亚硫酸钠溶液 20 mL、盐酸 2 mL 置于暗处。试液应无色,若发现有微红色,应重新配制。

乙二醇标准贮备液:取一个外部干燥、清洁的 50 mL 容量瓶,加水约 30 mL,精确称重。精确量取 0.5 mL 乙二醇,迅速加入瓶中,摇匀,精确称重。两次称重之差即为溶液中所含乙二醇的重量,加水至刻度,混匀,按式(8)计算其浓度:

$$c = \frac{m}{50} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

- $c$ ——乙二醇标准贮备液浓度,单位为克每升(g/L);  
 $m$ ——溶液中乙二醇质量,单位为克(g)。  
 乙二醇标准溶液(浓度  $c_1 = c \times 10^{-3}$ ):精确量取标准贮备液 1.0 mL,用水稀释至 1 000 mL。

#### 10.3 样品浸提方法

##### 10.3.1 总则

同 9.3.1。

##### 10.3.2 模拟使用浸提法

同 9.3.2,但用 0.1 mol/L 盐酸作为浸提介质。

##### 10.3.3 极限浸提法

10.3.3.1 取样品上有代表性的部位,截为 5 mm 长碎块,称取 2.0 g 置于容器中,加 0.1 mol/L 盐酸 10 mL,室温放置 1 h,作为供试液。

10.3.3.2 对于容器类样品,可加 0.1 mol/L 盐酸至公称容量,在 37 °C ± 1 °C 下恒温 1 h,作为供试液。

10.4 试验步骤

10.4.1 取 5 支纳氏比色管,分别精确加入 0.1 mol/L 盐酸 2 mL,再精确加入 0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL 乙二醇标准溶液。另取一支纳氏比色管,精确加入 0.1 mol/L 盐酸 2 mL 作为空白对照。

10.4.2 于上述各管中分别加入高碘酸溶液(5 g/L)0.4 mL,摇匀,放置 1 h。然后分别滴加硫代硫酸钠溶液(10 g/L)至出现的黄色恰好消失。再分别加入品红-亚硫酸试液 0.2 mL,用蒸馏水稀释至 10 mL,摇匀,35 °C ~ 37 °C 条件下放置 1 h,于 560 nm 波长处以空白液作参比,测定吸光度。绘制吸光度-体积标准曲线。

10.4.3 精确量取供试液 2.0 mL 于纳氏比色管中,按 10.4.2 步骤操作,以测得的吸光度从标准曲线上查得试液相应的体积。

10.5 结果计算

环氧乙烷残留量用绝对含量或相对含量表示。

10.5.1 按式(9)计算样品中环氧乙烷绝对含量:

$$W_{EO} = 1.775Vc_1m \dots\dots\dots(9)$$

式中:

- $W_{EO}$ ——单位产品中环氧乙烷绝对含量,单位为毫克(mg);
- $V$ ——标准曲线上找出的供试液相应的体积,单位为毫升(mL);
- $c_1$ ——乙二醇标准溶液浓度,单位为克每升(g/L);
- $m$ ——单位产品的质量,单位为克(g)。

10.5.2 按式(10)计算样品中环氧乙烷相对含量:

$$C_{EO} = 1.775Vc_1 \times 10^3 \dots\dots\dots(10)$$

式中:

- $C_{EO}$ ——单位产品中环氧乙烷相对含量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );
- $V$ ——标准曲线上找出的供试液相应的体积,单位为毫升(mL);
- $c_1$ ——乙二醇标准溶液浓度,单位为克每升(g/L)。

10.5.3 对于容器类样品,按式(11)计算容器中环氧乙烷绝对含量:

$$W_{EO} = 0.335Vc_1V_1 \dots\dots\dots(11)$$

式中:

- $W_{EO}$ ——单位产品中环氧乙烷绝对含量,单位为毫克(mg);
- $V$ ——标准曲线上找出的供试液相应的体积,单位为毫升(mL);
- $c_1$ ——乙二醇标准溶液浓度,单位为克每升(g/L);
- $V_1$ ——单位样品的公称容量,单位为毫升(mL)。

10.5.4 对于容器类样品,按式(12)计算单位体积中环氧乙烷含量:

$$C_{EO} = 0.335Vc_1 \times 10^3 \dots\dots\dots(12)$$

式中:

- $C_{EO}$ ——样品中单位体积中环氧乙烷含量,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$ ——标准曲线上找出的供试液相应的体积,单位为毫升(mL);
- $c_1$ ——乙二醇标准溶液浓度,单位为克每升(g/L)。

参 考 文 献

- [1] GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
  - [2] GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
  - [3] GB/T 16886.7—2001 医疗器械生物学评价 第7部分:环氧乙烷灭菌残留量(idt ISO 10993-7:1995)
-

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
医用输液、输血、注射器具检验方法  
第 1 部分：化学分析方法  
GB/T 14233.1—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

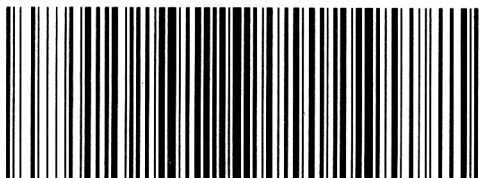
\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 32 千字  
2009 年 3 月第一版 2009 年 3 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-35648 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533



GB/T 14233.1—2008