

国家食品药品监督管理局
国家药品包装容器（材料）方法标准
(试行)

YBB00372004

砷、锑、铅、镉浸出量测定法
Shen Ti Qian Ge Jinchullang Cedingfa
Tests for release of arsenic antimony lead and cadmium

本法适用于各类药用玻璃容器及管材中的砷、锑、铅、镉浸出量的测定。

供试液的制备

供试品为容器时取样量见下表：

表 1 玻璃容器容量与取样数量

容量 (mL)	数量 (支)
10	30
> 10 ~ 50	10
> 50 ~ 250	2
> 250	1

供试品为玻璃管时，取总表面积（包括每截管的内、外表面及两端的截面）约为 500cm² 的玻璃管，两端截面经打磨后作为供试品。

供试液制备 将容器供试品清洗干净，并用 4% (v/v) 乙酸溶液灌装至满口容量的 90%。对于安瓿等容量较小的容器，则灌装乙酸溶液至瓶身肩部。用倒置烧杯（需用平均线热膨胀系数 α (20℃ ~ 300℃) 约为 $3.3 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ 硼硅玻璃制成，新的烧杯须经老化处理）或惰性材料铝帽盖住口部，98℃ 蒸煮 2 小时，冷却后取出供试品，溶液即为供试液。

将玻璃管供试品清洗干净，置入装有 4% (v/v) 乙酸溶液 1000mL 的玻璃容器（玻璃容器不应含有砷、锑、铅、镉元素）中，98℃ 蒸煮 2 小时，冷却后取出供试品，溶液即为供试液。

1 砷浸出量测定法

试验原理 供试液中含有高价砷被碘化钾、氯化亚锡还原为三价砷，然后与锌粒和酸反应产生的新生态氢，生成砷化氢，经银盐溶液吸收后，形成红色胶态物，与标准曲线比较，测

定其含量。

测定法 精密量取供试液 10mL、空白液 10mL、标准砷溶液（每 1mL 相当于 1 μ g 的 As）1mL、2mL、3mL、4mL、5mL（必要时可根据样品实际情况调整线性范围），分别置测砷瓶中，按中华人民共和国药典 2000 年版二部附录Ⅴ J 砷盐检查法第二法操作，用分光光度法，在 510nm 的波长处测定吸光度，以浓度为 X 轴，以吸光度为 Y 轴，绘制标准曲线，与标准曲线比较确定供试品的浓度。

结果表示方法 玻璃容器以 As（mg/L）表示，药用玻璃管材以 As（mg/dm²）表示。

2 锑浸出量测定方法

试验原理 孔雀绿（C₂₃H₂₅N₂Cl）与五价锑离子形成绿色络合物，经甲苯萃取，提取有机相进行比色，与标准曲线比较，测定其含量。

测定法 精密量取供试液 10 mL、空白液 10mL、标准锑溶液（每 1mL 相当于 1 μ g 的 Sb）0.5mL、1mL、1.5mL、2mL、2.5mL（必要时可根据样品实际情况调整线性范围），分别置于分液漏斗中，各加盐酸（1→2）10 mL，各加 10%氯化亚锡—盐酸溶液 6 滴，摇匀，放置 1 分钟，各加 14%亚硝酸钠溶液（临用新制）1mL，摇匀，各加 50%尿素溶液 1mL，振荡至气泡逸完，各加硝酸（1→2）1mL，水 10mL，甲苯 10mL，0.2%孔雀绿溶液 0.5mL，振荡 1~2 分钟，静置分层后，弃去水层，取甲苯层照中华人民共和国药典 2000 版二部附录Ⅳ B 分光光度法，在 634nm 的波长处测定吸光度，以浓度为 X 轴，以吸光度为 Y 轴，绘制标准曲线，与标准曲线比较确定供试品的浓度。

结果表示方法 玻璃容器以 Sb（mg/L）表示，药用玻璃管材以 Sb（mg/dm²）表示。

3 铅浸出量测定方法

试验原理 铅离子在一定酸度下，在原子吸收分光光度计中，经火焰原子化后，吸收 217.0nm 共振线，其吸收量与铅含量成正比，与标准系列比较定其含量。

测定法 取一定量供试液，照原子吸收分光光度法（中华人民共和国药典 2000 版二部附录Ⅳ D），用铅标准溶液（每 1mL 相当于 10 μ g 的 Pb，必要时可将该溶液稀释至每 1mL 相当于 0.01 μ g 的 Pb）进行比较测定（可用精密内插法或标准曲线法），根据吸光度计算含量。

结果表示方法 药用玻璃容器以 Pb（mg/L）表示，药用玻璃管材以 Pb（mg/dm²）表示。

4 镉浸出量测定方法

试验原理 镉离子在一定酸度下，在原子吸收分光光度计中，经火焰原子化后，吸收 228.8nm 共振线，其吸收量与镉含量成正比，与标准系列比较定其含量。

测定法 取一定量供试液，照原子吸收分光光度法（中华人民共和国药典 2000 版二部附录 IV D），用镉标准溶液（每 1mL 相当于 10 μ g 的 Cd，必要时可将该溶液稀释至每 1mL 相当于 0.01 μ g 的 Cd）进行比较测定（可用精密内插法或标准曲线法），根据吸光度计算含量。

结果表示方法 药用玻璃容器以 Cd (mg/L) 表示，药用玻璃管材以 Cd (mg/dm²) 表示。

砷、锑、铅、镉浸出量测定法起草说明

一、概况

1. 任务来源：根据国家食品药品监督管理局药品注册司颁布的食药监注函[2004]26号文“关于做好2004年药包材标准制(修)定工作的通知”的相关要求，制定该标准。

2. 目的：由于人们健康意识增强，药用玻璃容器及管材的质量优劣直接影响人体用药安全。除了对药用玻璃中的有害元素砷、锑、铅的浸出量进行控制外，镉元素对人体的危害也是相当严重的。因此控制药用玻璃中的镉的浸出量，对保障人们健康安全用药和促进国际贸易都具有重要意义。

3. 起草原则：砷、锑、铅浸出量测定法已于2003年发布，为了便于统一考虑有害元素的测定方法，故将砷、锑、铅、镉的测定法合并为一个标准。本标准发布后，YBB00222003《砷、锑、铅浸出量测定法》即行作废。

为了使国家药用包装容器(材料)检验测试方法标准能与国际标准接轨，又体现我国特点，增强标准的适用性。

本标准参考了ISO7086-1:2000《与食物接触的玻璃玻璃空心制品 铅镉溶出量第1部分 试验方法》，并参考了中华人民共和国药典和相关国家标准。

二、关于标准项目说明

砷、锑一般作为澄清剂引入玻璃中，有些玻璃容器在印铸时可能带入铅、镉，故控制铅、镉浸出量也有必要。

样品在标准中称供试品。由于药用玻璃容器种类很多，大小不一，为了获取一定量的浸出液(供试液)备测试用，按容量大小对取样数量进行了界定。药用玻璃管材取样量可按其面积来界定。