

砷、锑、铅、镉浸出量测定法
Shen Ti Qian Ge Jinchuliang 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。

供试品溶液的制备

供试品为容器时取样数量见下表：

表 玻璃容器容量与取样数量

容量 (ml)	数量 (支)
≤10	30
10 以上~50	10
50 以上~250	2
250 以上	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 500cm^2 的玻璃管，两端截面细工研磨后作为供试品。

供试品溶液制备 将供试品清洗干净，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缩肩部，用倒置烧杯（需用平均线热膨胀系数 a ($20\sim 300^\circ\text{C}$) 约为 $3.3\times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ 的硼硅玻璃制成，新的烧杯须经过老化处理）或惰性材料铝箔盖住口部。98℃ 蒸煮 2 小时，冷却后取出供试品，溶液即为供试品溶液。

将玻管供试品清洗干净，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，溶液即为供试品溶液。

1 砷浸出量测定法

试验原理 供试品溶液中含有的高价砷被碘化钾、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，与标准曲线或与规定限度比较，测定其含量或控制其限度。

第一法 标准曲线测定法 精密量取供试品溶液 10ml、空白液 10ml、标准砷溶液（每 1ml 相当于 $1\mu\text{g}$ 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，依法（照中国药典 2010 年版二部附录 VIII J 第二法）测定，在 510nm 的波长处测定吸收度。以浓度为 X 轴，以吸收度为 Y 轴，绘制标准曲线，与标准曲线比较确定供试品溶液的浓度。

第二法 限度检查法 精密量取供试品溶液 10ml、空白液 10ml、标准砷溶液（每 1ml 相当于 $1\mu\text{g}$ 的 As）2ml（测定容器时）、3.5ml（测定管材时）、分别置测砷瓶中，依法（中国药典 2010 年版二部附录 VIII J 第二法）测定，在 510nm 的波长处分别测定吸收度。供试品溶液的吸收度不得高于标准砷溶液的吸收度。

结果表示方法 玻璃容器以 As (mg/l) 表示，玻璃管材以 As (mg/dm^2) 表示。

2 锑浸出量测定法

试验原理 孔雀绿 ($C_{23}H_{25}N_2Cl$) 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, 与标准曲线或与规定限度比较, 测定其含量或控制其限度。

第一法 标准曲线测定法 精密量取供试品溶液 10ml、空白液 10ml、标准锑溶液 (每 1ml 相当于 $1\mu g$ 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) 10ml, 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, 振摇至气泡逸完, 各加磷酸 (1→2) 1ml, 水 10ml, 甲苯 10ml, 0.2% 孔雀绿溶液 0.5ml, 摇振 1~2 分钟, 静置分层后, 弃去水层, 取甲苯层照紫外-可见分光光度法 (中国药典 2010 版二部附录 IV A), 在 634nm 的波长处测定吸收度, 以浓度为 X 轴, 以吸收度为 Y 轴, 绘制标准曲线, 与标准曲线比较确定供试品溶液的浓度。

第二法 限度检查法 测定容器时, 精密量取供试品溶液 3ml、空白液 3ml、标准锑溶液 (每 1ml 相当于 $1\mu g$ 的 Sb) 2ml, 分别置于分液漏斗中, 各加盐酸 (1→2) 10ml, 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, 振摇至气泡逸完。各加磷酸 (1→2) 1ml, 水 10ml, 甲苯 10ml, 0.2% 孔雀绿溶液 0.5ml, 摇振 1~2 分钟, 静置分层后, 弃去水层, 取甲苯层照紫外-可见分光光度法 (中国药典 2010 版二部附录 IV A), 在 634nm 的波长处分别测定吸收度, 供试品溶液的吸收度不得高于标准锑溶液的吸收度。

测定管材时, 精密量取供试品溶液 0.6ml、空白液 0.6ml、标准锑溶液 (每 1ml 相当于 $1\mu g$ 的 Sb) 2ml, 分别置于分液漏斗中, 各加盐酸 (1→2) 10ml, 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, 振摇至气泡逸完。各加磷酸 (1→2) 1ml, 水 10ml, 甲苯 10ml, 0.2% 孔雀绿溶液 0.5ml, 摇振 1~2 分钟, 静置分层后, 弃去水层, 取甲苯层照中国药典 2010 版二部附录 IV A 紫外-可见分光光度法, 在 634nm 的波长处分别测定吸收度, 供试品溶液的吸收度不得高于标准锑溶液的吸收度。

结果表示方法 玻璃容器以 Sb (mg/l) 表示, 玻璃管材以 Sb (mg/dm^2) 表示。

3 铅浸出量测定法

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 取一定量供试品溶液, 照原子吸收分光光度法 (中国药典 2010 版二部附录 IV D), 用铅标准溶液 (每 1ml 相当于 $10\mu g$ 的 Pb, 必要时可将该溶液稀释至每 1ml 相当于 $0.01\mu g$ 的 Pb) 进行比较测定 (可用紧密内插法或标准曲线法), 根据吸收度计算含量。

结果表示方法 玻璃容器以 Pb (mg/l) 表示, 玻璃管材以 Pb (mg/dm^2) 表示

4 镉浸出量测定法

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 取一定量供试品溶液, 照原子吸收分光光度法 (中国药典 2010 版二部附录 IV D), 用镉标准溶液 (每 1ml 相当于 $10\mu g$ 的 Cd, 必要时可将该溶液稀释至每 1ml 相当于 $0.01\mu g$ 的 Cd) 进行比较测定 (可用紧密内插法或标准曲线法), 根据吸收度计算含量。

结果表示方法 玻璃容器以 Cd (mg/l) 表示, 玻璃管材以 Cd (mg/dm^2) 表示。