

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 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，两端截面细工研磨后作为供试品。

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缩肩部，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，溶液即为供试液。

1 砷浸出量测定法

试验原理 供试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 1 mL 相当于 1 μ g 的 As）1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL（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 VIII 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 铈浸出量测定方法

试验原理 孔雀绿 (C₂₃H₂₅N₂Cl) 与五价铈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、标准铈溶液（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 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。