



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 19381—2003/ISO 8871:1990

---

## 丁基橡胶药用瓶塞通用试验方法

General methods of test for medical closures of butyl rubber

(ISO 8871:1990, Elastomeric parts for aqueous  
parenteral preparations, IDT)

2003-11-10 发布

2004-06-01 实施



中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
丁基橡胶药用瓶塞通用试验方法  
GB/T 19381—2003/ISO 8871:1990

\*

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.bzcbbs.com](http://www.bzcbbs.com)

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 1.5 字数 37 千字  
2005年12月第一版 2005年12月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-26768 定价 14.00 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 19381—2003

## 前 言

本标准等同采用 ISO 8871:1990《非肠道水制剂用弹性件》及其修改件 1。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G、附录 H、附录 I、附录 J、附录 K、附录 L、附录 M 和附录 N 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会胶乳制品分技术委员会(SAC/TC35/SC4)归口。

本标准由中橡集团株洲橡胶塑料工业研究设计院负责起草。

本标准主要起草人:汤胜修、李枚辉、盛腊云、张玉。

## 目 次

|                               |    |
|-------------------------------|----|
| 前言 .....                      | I  |
| 1 范围 .....                    | 1  |
| 2 规范性引用文件 .....               | 1  |
| 3 分类 .....                    | 1  |
| 4 测定 .....                    | 1  |
| 5 要求 .....                    | 2  |
| 6 试验方法 .....                  | 2  |
| 7 包装 .....                    | 3  |
| 8 贮存 .....                    | 3  |
| 9 标志和标识 .....                 | 3  |
| 附录 A(规范性附录) 紫外分光光度法 .....     | 4  |
| 附录 B(规范性附录) 热裂解红外光谱法 .....    | 5  |
| 附录 C(规范性附录) 还原物质的测定方法 .....   | 6  |
| 附录 D(规范性附录) 重金属的测定方法 .....    | 7  |
| 附录 E(规范性附录) 铵含量的测定方法 .....    | 8  |
| 附录 F(规范性附录) 卤化物的测定方法 .....    | 9  |
| 附录 G(规范性附录) 酸碱度的测定方法 .....    | 10 |
| 附录 H(规范性附录) 不挥发物的测定方法 .....   | 11 |
| 附录 I(规范性附录) 挥发性硫化物的测定方法 ..... | 12 |
| 附录 J(规范性附录) 锌的测定方法 .....      | 13 |
| 附录 K(规范性附录) 电导率的测定 .....      | 14 |
| 附录 L(规范性附录) 浑浊度的测定 .....      | 15 |
| 附录 M(规范性附录) 弹性件可见颗粒的测定 .....  | 16 |
| 附录 N(规范性附录) 弹性件不可见颗粒的测定 ..... | 18 |

## 丁基橡胶药用瓶塞通用试验方法

### 1 范围

本标准规定了丁基橡胶药用瓶塞通用试验方法。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用的制剂及制品的制备

GB/T 6031 硫化橡胶或热塑性橡胶硬度的测定(10~100 IRHD)(GB/T 6031—1998, idt ISO 48:1994)

GB/T 14233.2 医用输液、输血、注射器具检验方法 第二部分:生物试验方法(GB/T 14233.2—1993, neq ISO TR 7405)

GB/T 4498 橡胶 灰分的测定(GB/T 4498—1997, eqv ISO 247:1990)

GB/T 533 硫化橡胶密度的测定(GB/T 533—1991, idt ISO 2781:1988)

GB/T 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分:按接收质量限(AQL)检索的逐批检验抽样计划

GB/T 6682 分析实验室用水 规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

### 3 分类

根据其用途,瓶塞有不同的分类。适用于本标准的瓶塞包括:

- 丁基橡胶抗生素瓶塞;
- 丁基橡胶输液瓶塞;
- 丁基橡胶冻干剂抗生素瓶塞;
- 丁基橡胶冻干剂输液瓶塞。

### 4 测定

#### 4.1 通则

橡胶是一种复合材料,具有良好的弹性。当将一根橡胶拉伸到原始长度的几倍时也不断裂。当断开拉伸力时,它将迅速恢复到原始尺寸和状态。橡胶也比较容易被挤压、弯曲或扭曲,并再次恢复到原始状态,不会产生变形。

橡胶在硫化过程中,通过聚合物链的化学交联作用而形成的三维网状结构,使得橡胶具有优越的物理化学性能。

由于橡胶所具有的复杂性,仅仅通过简单的物理或化学试验,不能检验瓶塞材料的一致性。建议使用下列方法:

- 密度测定法;
- 灰分测定法;
- 紫外分光光度法;
- 热裂解红外光谱法。

#### 4.2 密度测定法

按 GB/T 533 规定的方法,测定密度。

#### 4.3 灰分测定法

按 GB/T 4498 规定的方法,测定燃烧后残余无机物。

#### 4.4 紫外分光光度法

按附录 A 规定的方法,在水浸取液中获得紫外光谱图,记录最大吸光度。

#### 4.5 热裂解红外光谱法

按附录 B 规定的方法,在热裂解物中获得红外光谱,并与参照光谱对比。

### 5 要求

#### 5.1 生物性能要求

本标准未规定生物性能要求,当按照 GB/T 14233.2 进行试验时,应符合其相关标准中的要求。

#### 5.2 化学性能要求

按附录 A 至附录 L 规定的试验方法,比较和评价瓶塞的化学性能。

#### 5.3 物理性能要求

##### 5.3.1 硬度

按 GB/T 6031 规定的方法测定硬度,制造商应确保在“贮存期”内硬度符合规定的要求。

注:“贮存期”理解为在未受到诸如药品等外界因素影响下的贮存期限。

##### 5.3.2 耐蒸汽杀菌性

瓶塞在 $(121 \pm 1)^\circ\text{C}$ 条件下 30 min 二次杀菌后,应不丧失所要求的生物性能、化学性能和物理性能。

### 6 试验方法

#### 6.1 通则

附录 A 至附录 L 规定的试验方法,是为确定瓶塞的各项性能而进行检验的方法。所选定的这些试验方法可用作评价连续批生产后的产品的重复性。

为了提供一定程度的保护,避免由于错误的结果而造成误判,除非另有规定,所有的试验都应做平行试验。

#### 6.2 抽样

瓶塞的抽样应按 GB/T 2828.1 的规定进行。

#### 6.3 仪器和试剂

6.3.1 所有化学试剂均用分析纯试剂,所用纯水应符合 GB/T 6682 中所规定的一级水或二级水的要求,其电导率应小于  $3\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。

6.3.2 玻璃器皿应由硅硼酸盐玻璃制造。

#### 6.4 浸取液的制备

6.4.1 样品为一定数量的瓶塞,其总表面积为  $150\ \text{cm}^2$ ,每  $1\ \text{cm}^2$  瓶塞表面积需要 2 mL 纯水。

清洗样品:将  $150\ \text{cm}^2$  表面积的瓶塞放入 500 mL 烧杯中,加 300 mL 纯水浸没,煮沸 5 min 后,每次用 300 mL 冷却纯水清洗,共清洗 5 次。

将经清洗的瓶塞放入锥形瓶中,每  $150\ \text{cm}^2$  表面积的样品加 300 mL 纯水。用铝箔或硅硼酸盐玻璃烧杯盖住瓶口,将其放入高压蒸汽消毒器中,在 30 min 内升温至 $(121 \pm 1)^\circ\text{C}$ ,保持 30 min。在 20 min~30 min 内冷却至室温。

摇动锥形瓶并立即用倾析法将浸取液从瓶塞中分离出来,此溶液为试验液  $S_1$ 。每次试验前摇动试验液  $S_1$ 。

6.4.2 空白液  $S_0$ 。按试验液同样的方法制备,制备过程中除加入 300 mL 纯水外,不加入瓶塞。

6.4.3 按 6.4.1 条和 6.4.2 条规定的方法制备的试验液  $S_1$  和空白液  $S_0$ , 用于进行化学性能试验。

## 7 包装

瓶塞应按合适的方法包装, 防止污染和曝光。

## 8 贮存

瓶塞应贮存于  $0^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}$  的环境, 避免曝露于可见光和紫外光中。

## 9 标志和标识

下列涉及包装品的信息应标志在外包装上:

- a) 物品名称;
- b) 生产日期;
- c) 批量;
- d) 制造商商标或名称。

附 录 A  
(规范性附录)  
紫外分光光度法

A.1 原理

由于丁基橡胶瓶塞在生产过程中加入了各种促进剂和防老剂,在制取浸取液的过程中这些促进剂和防老剂可部分溶解于水中,并可吸收紫外光,且促进剂和防老剂的量越大,其紫外吸光度越强。这类试验方法适用于所有硫化橡胶产品,通常用水浸取液来完成。

A.2 测定步骤

将制备不超过 5 h 的试验液  $S_1$  通过滤膜(滤膜孔径:0.45  $\mu\text{m}$ )过滤,避免散射光干扰。将试验液  $S_1$  放入紫外分光光度计的 1 cm 石英比色皿中,用空白液  $S_0$  作参比。在波长 220 nm~360 nm 范围内扫描,获得紫外吸收光谱。

A.3 结果表示

以记录谱图上最大的吸光度表示。

**附 录 B**  
**(规范性附录)**  
**热裂解红外光谱法**

**B.1 原理**

热裂解瓶塞的红外光谱法用于瓶塞和某些橡胶成分的定性鉴定。除硅橡胶外,适用于任何橡胶制品。

加热样品,将热裂解的蒸气冷凝,通过红外光谱法分析所产生的冷凝物。

**B.2 测定步骤**

将 1 g~2 g 剪碎的瓶塞样品放入一个耐热玻璃试管(优先选用的尺寸:160 mm× $\phi$ 16 mm)中。水平握住试管,在本生灯低火焰上加热,火焰从试管底部到试管壁间移动,直到驱除样品中的水分,当在靠近试管口管壁产生冷凝物时,涂几点在溴化钾晶体透光片上。将透光片放入红外光谱仪中,在 4 000  $\text{cm}^{-1}$ ~600  $\text{cm}^{-1}$  间扫描。

**B.3 结果表示**

报告吸光率(透光率)对波数的谱图。

## 附录 C

(规范性附录)

## 还原物质的测定方法

## C.1 原理

瓶塞在水介质中浸取时,其个别组分可能会释放出还原物质。产生的原因可能是来自于瓶塞中的硫化剂、促进剂及它们的反应物。将含有还原物质的浸取液在酸性条件加热,用高锰酸钾氧化,过量的高锰酸钾将碘化钾氧化成碘单质,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。

## C.2 试剂

C.2.1 硫酸溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$

量取 54 mL 硫酸(GB/T 625),缓缓注入 500 mL 水中,冷却后稀释至 1 000 mL。

C.2.2 高锰酸钾标准溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601 方法制备。

C.2.3 高锰酸钾标准溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.01\text{ mol/L}$ 。

临用前将高锰酸钾标准溶液(C.2.2)用新煮沸并冷却的水稀释 10 倍,必要时重新标定。

C.2.4 硫代硫酸钠标准溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601 方法制备。

C.2.5 硫代硫酸钠标准溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01\text{ mol/L}$ 。

临用前将硫代硫酸钠标准溶液(C.2.4)用新煮沸并冷却的水稀释 10 倍。

C.2.6 淀粉指示剂:10 g/L。

按 GB/T 603 方法制备。

C.2.7 淀粉指示剂:5 g/L

将淀粉指示剂(C.2.5)与水按 1+1 体积比混合。

注:此指示剂有效期为两周。

## C.3 测定步骤

移取 20.00 mL 配制不超过 5 h 的试验液  $S_1$  于锥形瓶,加入 2.0 mL 硫酸(C.2.1)和 20.00 mL 高锰酸钾溶液(C.2.3)。煮沸 3 min,迅速冷却,加 1.0 g 碘化钾(GB/T 1272),立即用硫代硫酸钠标准溶液(C.2.5)滴定至淡黄色,加 0.25 mL 淀粉溶液(C.2.7)作为指示剂,继续用硫代硫酸钠标准溶液(C.2.5)滴定至无色。用同样的方法滴定 20.00 mL 空白液  $S_0$ 。

## C.4 结果表示

以 20.00 mL 试验液  $S_1$  和 20.00 mL 空白  $S_0$  所消耗的高锰酸钾标准溶液的体积之差(mL)表示。

## 附录 D

### (规范性附录)

### 重金属的测定方法

#### D.1 原理

浸取液含有的金属氧化物,一般来自用作硫化促进剂的无机填料和某些金属氧化物。其中包含可测量的微量金属,例如铅等重金属,会产生一定污染和危害。在酸性条件下,重金属可与硫化钠生成黑色物质,通过比较溶液颜色的深浅可知其含量。

#### D.2 试剂

##### D.2.1 乙酸盐缓冲溶液: $\text{pH}=3.5$ 。

将 25.0 g 乙酸铵溶于 25 mL 水中,加 38.0 mL 浓度为 250 g/L 的乙酸溶液,用水稀释至 100 mL。用电位法测定 pH 值。如果必要,可通过加入盐酸溶液 $[c(\text{HCl})=2 \text{ mol/L}]$ 或氨溶液 $[c(\text{NH}_3)=6 \text{ mol/L}]$ 来调节 pH 值。

##### D.2.2 硫代乙酰胺试剂:

将 15 mL 氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}]$ 、5 mL 水和 30 mL 甘油混合,制得溶液 A。

使用前,将 0.20 mL 浓度为 40 g/L 硫代乙酰胺溶液和 1.00 mL 溶液 A 混合,用沸水浴加热此混合液 20 s。

##### D.2.3 硝酸铅(II)贮备液: $c(\text{Pb}^{2+})=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

临用前,将 0.160 g 硝酸铅(II)溶解于新煮沸并冷却的水中,稀释至 100 mL。

##### D.2.4 硝酸铅(II)标准溶液: $c(\text{Pb}^{2+})=1.0 \mu\text{g/mL}$ 。

将 1.0 mL 硝酸铅(II)贮备液(D.2.3)用新煮沸并冷却的水稀释至 1 000 mL。

#### D.3 测定步骤

D.3.1 移取 10.00 mL 试验液  $S_1$  于一具塞比色管中,加入 2.00 mL 乙酸盐缓冲溶液(D.2.1)混匀,加入 1.00 mL 硫代乙酰胺试剂(D.2.2),摇匀。

D.3.2 按下列方法配制对比液:在相应的规范中,重金属(以  $\text{Pb}^{2+}$  计)的最大限量规定表示为  $n \mu\text{g}/10 \text{ mL}$ 。用数字  $n$  即得出下述  $V$  值。

移取  $V \text{ mL}$  硝酸铅(II)溶液(D.2.4)于另一具塞比色管中,加入  $(10-V) \text{ mL}$  水、2.00 mL 乙酸盐缓冲溶液(D.2.1)和 2 mL 试验液  $S_1$  混合,再加入 1.0 mL 硫代乙酰胺试剂(D.2.2),摇匀。

D.3.3 2 min 后对比上述两种溶液颜色的深浅。

#### D.4 结果表示

报告对比结果。

**附 录 E**  
**(规范性附录)**  
**铵含量的测定方法**

**E.1 原理**

由于瓶塞中的天然异戊二烯聚合物中存在蛋白质和胺,因此瓶塞浸取液中含有微量铵。在碱性条件下,铵离子与纳氏试剂反应生成黄色物质,通过与标准对照液相比可知其含量。

**E.2 试剂**

**E.2.1 氢氧化钠溶液:** $c(\text{NaOH})=3\text{ mol/L}$ 。

称取 12.0 克氢氧化钠(符合 GB/T 629)溶于水,并稀释至 100 mL。

**E.2.2 纳氏试剂**

将 11.0 g 碘化钾和 15.0 g 碘化汞(Ⅱ)溶解于水,稀释至 100 mL。

临用前,将 1 体积该溶液和相同体积的氢氧化钠溶液[ $c(\text{NaOH})=6\text{ mol/L}$ ]混合。

**E.2.3 氯化铵贮备液:** $c(\text{NH}_4^+)=1.00\text{ mg/mL}$ 。

临用前,将 0.300 g 氯化铵(符合 GB/T 658)溶解于水,稀释至 100 mL。

**E.2.4 氯化铵溶液:** $c(\text{NH}_4^+)=2.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

将 2.0 mL 氯化铵贮备液(E.2.3)用水稀释至 1 000 mL。

**E.3 测定步骤**

**E.3.1** 移取 10.00 mL 试验液  $S_1$  于一具塞比色管中,加入 1.00 mL 氢氧化钠溶液(E.2.1)和 1.00 mL 纳氏试剂(E.2.2)混合液,混匀。

**E.3.2** 按下列方法配制对比液:

在相应的规范中,铵( $\text{NH}_4^+$ )的最大限量规定表示为  $n\text{ }\mu\text{g}/10\text{ mL}$ 。用数字  $n$  乘以 0.5 即得出下述  $V$  值。

移取  $V\text{ mL}$  氯化铵溶液(E.2.4)于另一具塞比色管中,加入  $(10-V)\text{ mL}$  水、1.00 mL 氢氧化钠溶液(E.2.1)和 1.00 mL 纳氏试剂(E.2.2)混合液,混匀。

**E.3.3** 5 min 后对比上述两种配制液颜色的深浅。

**E.4 结果表示**

报告对比结果。

**附录 F**  
**(规范性附录)**  
**卤化物的测定方法**

**F.1 原理**

瓶塞水浸取液中的卤化物在酸性介质中与硝酸银溶液生成卤化银沉淀。当卤离子浓度很低时,溶液呈浑浊状,通过与标准溶液浊度比较,可知其浓度。

**F.2 试剂**

**F.2.1 硝酸溶液:** $c(\text{HNO}_3)=6\text{ mol/L}$ 。

将 40 mL 硝酸(符合 GB/T 626)溶于水中,稀释至 100 mL。

**F.2.2 硝酸银标准滴定溶液:** $c(\text{HNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601 方法制备。

**F.2.3 氯化钠标准溶液:** $c(\text{Cl}^-)=4.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

临用前,将 0.660 g 氯化钠溶解于水,稀释至 1 000 mL。

取 10.0 mL 该溶液,用水将其稀释至 1 000 mL。

**F.3 测定步骤**

**F.3.1** 移取 10.0 mL 经过滤(滤膜孔径:0.45  $\mu\text{m}$ )的试验液  $S_1$  于一具塞比色管中,加入 1.00 mL 硝酸(F.2.1)和 1.00 mL 硝酸银溶液(F.2.2)混合。

**F.3.2** 按下列方法配制对比液:在相应的规范中,卤化物( $\text{Cl}^-$ )的最大限量规定表示为  $n\text{ }\mu\text{g Cl}^-/10\text{ mL}$ 。用数字  $n$  乘以 0.25 即得出下述  $V$  值。

移取  $V\text{ mL}$  氯化钠溶液(F.2.3)于另一具塞比色管中、加入 $(10-V)\text{ mL}$ 水、1.00 mL 硝酸(F.2.1)和 1.00 mL 硝酸银溶液(F.2.2)混合。

**F.3.3** 5 min 后对比上述两种溶液的浑浊度。

**F.4 结果表示**

报告对比结果。

附 录 G  
(规范性附录)  
酸碱度的测定方法

### G.1 原理

按照其组成,一些瓶塞中所包含的某些组分,可能引起酸碱变化,对药品的稳定性可能产生不利的影响。这种 pH 值变化可通过水浸取液的电位测量来测得。然而,当在 pH 值接近中性进行电位测量时,可能导致判断错误。因此,在此用滴定法来测定酸度或碱度。

### G.2 试剂

#### G.2.1 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂。

将 0.2 g 甲基红和 0.1 g 亚甲基蓝溶解于乙醇(体积分数为 95%)中,稀释至 100 mL。

#### G.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601 制备。

#### G.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.005 \text{ mol/L}$ 。

临用前将氢氧化钠标准滴定溶液(G.2.2)用新煮沸并冷却的水稀释 20 倍。

#### G.2.4 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601 制备。

#### G.2.5 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.005 \text{ mol/L}$ 。

临用前将盐酸标准滴定溶液(G.2.4)用新煮沸并冷却的水稀释 20 倍。

### G.3 测定步骤

移取 20.00 mL 试验液  $S_1$  于锥形瓶中,加入 0.1 mL 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂,如果溶液的颜色是紫罗兰色,用氢氧化钠溶液(G.2.3)滴定至灰色;如果溶液的颜色是绿色的,用盐酸溶液(G.2.5)滴定至灰色。

用同样的方法测定空白液  $S_0$ 。

### G.4 结果表示

报告 20.00 mL 试验液  $S_1$  所消耗的氢氧化钠溶液(G.2.3)或盐酸溶液(G.2.5)的体积(mL)。

报告滴定 20.00 mL 试验液  $S_1$  与空白液  $S_0$  消耗的氢氧化钠溶液(G.2.3)或盐酸溶液(G.2.5)的体积(mL)之差。

附录 H  
(规范性附录)  
不挥发物的测定方法

### H.1 原理

按照其组成,浸取液中不同的橡胶成分可能释放出不同数量的不挥发物。通过对浸取液的蒸发、干燥及恒重,可测得其不挥发物的量。

### H.2 测定步骤

移取 100.0 mL 试验液  $S_1$  至恒重的蒸发皿中,置于水浴锅上蒸发至干,在 105℃ 下加热至恒重。恒温干燥箱不得使用鼓风机。

用同样的方法处理 100.0 mL 空白液  $S_0$ 。

### H.3 结果表示

报告试验液中残余物和空白液中残余物的质量之差,用每 100 mL 所含的质量(mg)表示。



## 附录 I

### (规范性附录)

#### 挥发性硫化物的测定方法

##### I.1 原理

常规的硫化体系是使用硫或含硫化合物进行硫化。基于这种硫化体系的橡胶材料在水浸取介质中,特别是在 pH 值是酸性的介质中,可能会产生挥发性硫化物。释放出的硫化物可以通过与乙酸铅试纸反应测定。

##### I.2 试剂

###### I.2.1 柠檬酸溶液: $c=20\text{ g/L}$ , $\text{pH}\approx 2$ 。

称取 2.0 g 一水柠檬酸(符合 GB/T 9855)溶解于水中,稀释至 100 mL。

###### I.2.2 乙酸铅试纸

在一定量的乙酸铅溶液( $c[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2]=0.25\text{ mol/L}$ )中滴加少量乙酸(体积分数为 30%),使溶液澄清并轻微酸化。将白色滤纸( $\rho_A=80\text{ g/m}^2$ )浸入到该溶液中,1 h 后从溶液中取出该滤纸并晾干。

将滤纸切割成约  $15\text{ mm}\times 40\text{ mm}$  的条状,贮存在密封容器中。

###### I.2.3 柠檬酸溶液: $c=80\text{ g/L}$ 。

将 8.0 g 一水柠檬酸(符合 GB/T 9855)溶解于水中,稀释至 100 mL。

###### I.2.4 硫化钠标准溶液: $c=10\text{ mg/L}$ 。

将 10 mg 硫化钠( $\text{Na}_2\text{S}$ )或 0.030 8 g 含水硫化钠( $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ )溶解于水,稀释至 1 000 mL。

##### I.3 测定步骤

I.3.1 将总表面积为  $20\text{ cm}^2\pm 2\text{ cm}^2$  的瓶塞(如果必要,可切割)放入到装有 50 mL 柠檬酸溶液(I.2.1)的锥形瓶中。将一张乙酸铅试纸(I.2.2)放在锥形瓶口,用玻璃烧杯反盖住。

I.3.2 按下列方法配制一张对比乙酸铅试纸:在相应的规范中,硫化物(以  $\text{Na}_2\text{S}$  计)的最大限量规定表示为  $n\text{ }\mu\text{g}/20\text{ cm}^2$ 。用数字  $n$  乘以 0.1 即得出下述  $V$  值。

将 12.5 mL 柠檬酸(I.2.3)和  $(37.5-V)\text{ mL}$  水置于 100 mL 锥形瓶中。

加入  $V\text{ mL}$  硫化钠溶液(I.2.4),将一张乙酸铅试纸(I.2.2)放在锥形瓶口,用玻璃烧杯反盖住。

I.3.3 将这两个锥形瓶在高压蒸汽消毒器于  $121^\circ\text{C}\pm 1^\circ\text{C}$  下加热 30 min,冷至室温后取出。

I.3.4 对比这二张乙酸铅试纸的颜色深浅。

##### I.4 结果表示

报告对比结果。

**附录 J**  
(规范性附录)  
**锌的测定方法**

**J.1 原理**

大多数橡胶组分中都需要少量的氧化锌来改善硫化过程和提高某些物理性能。因此,瓶塞中的锌离子可通过水浸取而制得。浸取液中的锌离子在酸性介质中与亚铁氰化钾溶液反应生成白色沉淀,当锌离子浓度很低时,溶液呈浑浊状,可通过比较溶液的浊度测得其含量。

**J.2 试剂**

**J.2.1 盐酸溶液:**  $c(\text{HCl})=2 \text{ mol/L}$ 。

量取 17 mL 盐酸(符合 GB/T 622)溶于水中,稀释至 100 mL。

**J.2.2 亚铁氰化钾溶液。**

称取 4.2 g 三水亚铁氰化钾(符合 GB/T 1273)用水溶解并稀释至 100 mL。

**J.2.3 硫酸锌溶液:**  $c(\text{Zn}^{2+})=10 \mu\text{g/mL}$ 。

临用前将 44.0 mg 七水硫酸锌( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )用水溶解,加入 1 mL 盐酸(5 mol/L),并稀释至 1 000 mL。

**J.3 测定步骤**

**J.3.1** 移取 10.00 mL 经过滤(滤膜孔径:0.45  $\mu\text{m}$ )的试验液  $S_1$  于一具塞比色管中,加入 1.00 mL 盐酸(J.2.1)和 3 滴亚铁氰化钾溶液(J.2.2)混合。

**J.3.2** 按下列方法配制对比溶液:

在相应的规范中,锌( $\text{Zn}^{2+}$ )的最大限量规定表示为  $n \mu\text{g}/10 \text{ mL}$ 。用数字  $n$  乘以 0.1 即得出下述  $V$  值。

移取  $V \text{ mL}$  锌标准溶液于另一具塞比色管中,加入  $(10-V) \text{ mL}$  水,加入 1.00 mL 盐酸(J.2.1)和 3 滴亚铁氰化钾溶液(J.2.2)混合。

**J.3.3** 5 min 后对比上述两种配制液颜色的浑浊度。

**J.4 结果表示**

报告对比结果。