

医疗器械检验操作规范

(第一册)

国家食品药品监督管理局
中国药品生物制品检定所

编



中国科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

医疗器械检验操作规范. 第一册/国家食品药品监督管理局,中国药品生物制品检定所编.
—北京:中国科学技术出版社,2005.3

ISBN 7-5046-3993-1

I.医... II.①国...②中... III.医疗器械-检验-技术操作规程 IV.TH77-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 019173 号

中国科学技术出版社出版

北京市海淀区中关村南大街 16 号 邮政编码:100081

电话:010-62103210 传真:010-62183872

<http://www.kjpbooks.com.cn>

科学普及出版社发行部发行

三河华冠曙光印务有限公司印刷

*

开本:880毫米×1230毫米 1/16 印张:11 字数:250千字

2005年3月第1版 2005年3月第1次印刷

印数:1-800册 定价:58.00元

(凡购买本社的图书,如有缺页、倒页、
脱页者,本社发行部负责调换)

主 编 任德权 桑国卫

副主编 赵晓鸣 韦建华 王军志 卜长生

编 委 (按姓氏笔画排序)

丁 彪 马家贞 王 雯 王春仁 王培连 巴信国 朱雪涛

刘 毅 齐宝芬 李海宁 杨昭鹏 轩辕凯 肖忆梅 何 涛

邹 健 林 红 岳卫华 俞西萍 施燕平 徐 红 奚廷斐

高尚先 章兆园 阎玉秀

审 校:杨昭鹏 马家贞

责任编辑:郑洪炜

封面设计:詹 辉

责任校对:林 华

责任印制:李春利

序


1998年国务院机构改革,正式成立了国家药品监督管理局,改变了我国在药品和医疗器械监督管理方面政出多门的局面。2000年4月1日正式实施《医疗器械监督管理条例》,标志着我国的医疗器械监督管理进入依法行政和依法监督的新阶段。

医疗器械监督检验是保证人民使用安全、有效医疗器械的重要手段,也是实施医疗器械质量保证体系的重要环节。

为规范医疗器械监督检验工作,统一检验操作方法和操作过程,确保医疗器械监督检验结果的科学性、准确性和一致性,国家食品药品监督管理局会同中国药品生物制品检定所组织全国各医疗器械检验中心的专家及技术人员编写了《医疗器械检验操作规范(第一册)》(以下简称《规范》)。该《规范》包括“一次性使用输液器”等8种医疗器械产品中所有的检验项目和“氯化物”等24项与生物材料及一次性使用产品有关的通用检验项目。该《规范》是国家医疗器械质量监督抽验中检验方法和检验技术的实施指南,对检验技术人员可起到统一理解、统一检验操作程序的指导作用。

颁发《规范》并在全中国医疗器械检验机构中统一实施,有其必要性,但更是一项新的尝试。医疗器械产品的更新很快,新技术、新方法也在不断发展,《规范》的完善和更新更是一项长久而具有挑战性的工作,让我们一起为中国医疗器械的监督检验工作作出努力。

国家食品药品监督管理局副局长



前 言

经过两年多的努力,《医疗器械检验操作规范(第一册)》终于正式出版了。该书在编写过程中得到了国家食品药品监督管理局的领导和全国各医疗器械检测中心的领导、专家及技术人员的大力支持,在此表示衷心的感谢。

医疗器械检测中心是国家食品药品医疗器械监督保证体系的重要组成部分,它所出具的检验报告是各级药监部门行政执法的重要技术依托。由于我国地域辽阔,各地情况各不相同,以往的专业分工也不相同,为了使全国各检测中心之间的检验数据结果和结论正确、可靠和一致,实验操作的标准化、规范化是至关重要的,各检测中心的检验工作人员在执行国家标准的基础上,通过总结多年的实践经验,编写了这本《医疗器械检验操作规范(第一册)》。

本书是多年来我国医疗器械检验人员检测操作经验的结晶,是一笔很宝贵的财富,是执行国家标准的重要依据和补充。据此实施可使实验操作更具体、更详细、更易于掌握,因而也是涉及医疗器械检验方法技术和注意点等多方面的指南。

本书主要包括 3 个方面内容:

1. GB/T 14233.1、GB/T 14233.2 涉及到的方法。
2. GB/T 16886 中的部分方法。
3. 产品的测试方法。

本书在编写过程中由于经验所限,加以时间短促,许多内容还未能完全收载,但重要的是,检验操作规范(SOP)本身是不断发展的,经过大量的实践,必然会需要进一步修改、补充和完善,恳切希望广大检测工作者在使用过程中提出宝贵意见。

中国工程院院士

中国药品生物制品检定所所长



目 录

序	任德权
前言	桑国卫
一 化学分析方法	(1)
1 浊度和色泽的测定	(1)
2 还原物质(易氧化物)	(2)
3 氯化物	(5)
4 酸碱度	(5)
5 蒸发残渣	(7)
6 重金属含量(目视比色法)	(8)
7 铵(纳氏试剂比色法)	(9)
8 硫酸盐	(10)
9 材料中重金属总量分析方法(比色法)	(11)
10 炽灼残渣	(12)
二 仪器分析方法	(14)
11 紫外分光光度法	(14)
12 原子吸收分光光度法	(17)
13 环氧乙烷残留量测定法	(21)
14 气相色谱法	(23)
15 高效液相色谱法	(26)
三 生物性能方法	(30)
16 无菌试验	(30)
17 热原试验	(34)
18 细菌内毒素试验	(36)
19 急性全身毒性检查法	(40)
20 溶血试验	(43)
21 细胞毒性试验	(44)
22 刺激试验	(52)
23 皮肤致敏试验	(60)
24 植入试验	(65)
四 一次性使用输液器	(70)
1 物理要求(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6)	(70)

1.1	微粒污染(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.1)	(70)
1.2	密封性(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.2)	(71)
1.3	连接强度(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.3)	(72)
1.4	瓶塞穿刺器(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.4)	(72)
1.5	进气器件(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.5)	(72)
1.6	软管(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.6)	(74)
1.7	药液过滤器(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.7)	(75)
1.8	滴斗与滴管(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.8)	(77)
1.9	流量调节器(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.9)	(79)
1.10	输液流速(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.10)	(79)
1.11	注射件(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.11)	(79)
1.12	外圆锥接头(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.12)	(80)
1.13	保护套(GB 8368—1998《一次性使用输液器》6.13)	(80)
2	化学要求(GB 8368—1998《一次性使用输液器》7)	(80)
2.1	还原物质试验(GB 8368—1998《一次性使用输液器》7.1)	(80)
2.2	金属离子试验(GB 8368—1998《一次性使用输液器》7.2)	(80)
2.3	酸碱度试验(GB 8368—1998《一次性使用输液器》7.3)	(81)
2.4	蒸发残渣试验(GB 8368—1998《一次性使用输液器》7.4)	(81)
2.5	紫外吸收度试验(GB 8368—1998《一次性使用输液器》7.5)	(81)
2.6	环氧乙烷残留量(GB 8368—1998《一次性使用输液器》7.6)	(81)
3	生物要求(GB 8368—1998《一次性使用输液器》8)	(83)
3.1	无菌试验(GB 8368—1998《一次性使用输液器》8.2)	(83)
3.2	热原试验(GB 8368—1998《一次性使用输液器》8.3)	(83)
3.3	溶血试验(GB 8368—1998《一次性使用输液器》8.4)	(83)
3.4	急性全身毒性试验(GB 8368—1998《一次性使用输液器》8.4)	(83)
4	标志(GB 8368—1998《一次性使用输液器》9)	(84)
5	包装(GB 8368—1998《一次性使用输液器》10)	(84)
五	一次性使用无菌注射器	(85)
1	技术要求	(85)
1.1	外观(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.1)	(85)
1.2	注射器的标尺(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.2)	(85)
1.3	标尺的刻度容量线(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.3)	(86)
1.4	标尺上的计量数字(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.4)	(87)
1.5	标尺的印刷(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.5)	(88)
1.6	外套(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.6)	(88)

1.7	按手间距(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.7)	(89)
1.8	活塞(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.8)	(89)
1.9	锥头(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.9)	(89)
1.10	物理性能(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.10)	(90)
1.11	化学性能(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.11)	(93)
1.12	生物性能(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》5.12)	(94)
2	标志(GB 15810—2001《一次性使用无菌注射器》8)	(95)
六	一次性使用无菌注射针	(96)
1	使用要求(GB 15811—2001《一次性使用无菌注射针》4)	(96)
1.1	外观(GB 15811—2001《一次性使用无菌注射针》4.1)	(96)
1.2	尺寸(GB 15811—2001《一次性使用无菌注射针》4.2)	(96)
1.3	注射针针管(GB 15811—2001《一次性使用无菌注射针》4.3)	(97)
1.4	注射针针座(GB 15811—2001《一次性使用无菌注射针》4.4)	(100)
1.5	注射针刺穿力(GB 15811—2001《一次性使用无菌注射针》4.5)	(102)
1.6	化学性能(GB 15811—2001《一次性使用无菌注射针》4.6)	(102)
1.7	生物性能(GB 15811—2001《一次性使用无菌注射针》4.7)	(103)
2	标志(GB 15811—2001《一次性使用无菌注射针》7.1)	(103)
七	一次性使用麻醉穿刺包	(105)
1	技术要求	(105)
1.1	使用要求(YY 0321.1—2000《一次性使用麻醉穿刺包》4.1)	(105)
1.2	物理性能(YY 0321.1—2000《一次性使用麻醉穿刺包》4.2)	(108)
1.3	生物性能(YY 0321.1—2000《一次性使用麻醉穿刺包》4.3)	(116)
1.4	化学性能(YY 0321.1—2000《一次性使用麻醉穿刺包》4.4)	(116)
1.5	外观(YY 0321.1—2000《一次性使用麻醉穿刺包》4.5)	(117)
1.6	其他配置器械(YY 0321.1—2000《一次性使用麻醉穿刺包》4.6)	(119)
2	标志(YY 0321.1—2000《一次性使用麻醉穿刺包》7.1)	(119)
八	医用脱脂棉	(120)
1	要求(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3)	(120)
1.1	性状(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.1)	(120)
1.2	白度(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.2)	(120)
1.3	水中可溶物(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.3)	(120)
1.4	酸碱度(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.4)	(121)
1.5	易氧化物(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.5)	(121)
1.6	吸水时间(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.6)	(121)
1.7	吸水量(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.7)	(122)

1.8	醚中可溶物(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.8)	(122)
1.9	荧光物(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.9)	(123)
1.10	干燥失重(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.10)	(123)
1.11	炽灼残渣(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.11)	(123)
1.12	表面活性物质试验(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.12)	(123)
1.13	无菌(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.13)	(124)
1.14	环氧乙烷残留量(气相色谱法)(YY 0330—2002《医用脱脂棉》3.14)	(124)
2	标志(YY 0330—2002《医用脱脂棉》6)	(124)
九	医用脱脂纱布	(126)
1	要求(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3)	(126)
1.1	性状(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.1)	(126)
1.2	白度(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.2)	(126)
1.3	经纬密度(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.3)	(126)
1.4	宽度(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.4)	(126)
1.5	水中可溶物(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.5)	(127)
1.6	酸碱度(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.6)	(127)
1.7	淀粉与糊精(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.7)	(128)
1.8	吸水时间(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.8)	(128)
1.9	醚中可溶物(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.9)	(128)
1.10	荧光物(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.10)	(129)
1.11	干燥失重(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.11)	(129)
1.12	炽灼残渣(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.12)	(129)
1.13	表面活性物质试验(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.13)	(129)
1.14	抗拉强度(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.14)	(129)
1.15	无菌(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.15)	(130)
1.16	环氧乙烷残留量(气相色谱法)(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》3.16)	(130)
2	标志(YY 0331—2002《医用脱脂纱布》6)	(130)
十	医用一次性防护服	(132)
1	技术要求	(132)
1.1	外观(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.1)	(132)
1.2	结构(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.2)	(132)
1.3	号型(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.3)	(133)
1.4	液体阻隔性能(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.4)	(133)
1.5	断裂强力(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.5)	(139)

1.6	断裂伸长率(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.6)	(139)
1.7	过滤效率(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.7)	(140)
1.8	阻燃性能(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.8)	(141)
1.9	抗静电性(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.9)	(142)
1.10	皮肤刺激性(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.10)	(143)
1.11	微生物指标(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.11)	(143)
1.12	环氧乙烷残留量(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》4.12)	(146)
2	标志及使用说明(GB 19082—2003《医用一次性防护服技术要求》6)	(147)
十一	医用防护口罩	(149)
1	技术要求	(149)
1.1	口罩基本尺寸(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.1)	(149)
1.2	外观(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.2)	(149)
1.3	鼻夹(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.3)	(149)
1.4	口罩带(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.4)	(150)
1.5	过滤效率(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.5)	(150)
1.6	气流阻力(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.6)	(151)
1.7	合成血穿透阻隔性能(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.7)	(152)
1.8	表面抗湿性(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.8)	(153)
1.9	消毒和灭菌(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.9)	(153)
1.10	环氧乙烷残留量(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.10)	(156)
1.11	阻燃性能(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.11)	(157)
1.12	皮肤刺激性(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》4.12)	(158)
2	标志与使用说明书(GB 19083—2003《医用防护口罩技术要求》6)	(158)

一、化学分析方法

1 浊度和色泽的测定

1.1 浊度的测定

1.1.1 仪器

a)分析天平:精确至 0.1 mg;

b)分光光度计。

1.1.2 溶液的配制

a)浊度标准贮备液的制备:称取于 105 ℃干燥恒重的硫酸肼 1.00 g,置于 100 mL 容量瓶中,加水适量使溶解,必要时可先置于洁净烧杯中在 40 ℃的水浴中温热溶解,再用水转移至 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,放置 4 h~6 h,取此溶液与等容量的 10% 六亚甲基四胺(乌洛托品)溶液混合,摇匀,于 25 ℃避光静置 24 h。标准贮备液应置冷处避光保存,在两个月内使用,用前摇匀。

b)浊度标准原液的制备:取浊度标准贮备液 15.0 mL,置 1000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,取适量,置 1 cm 吸收池中,在 550 nm 处测定其吸光度值,结果应在 0.12~0.15 范围内。标准原液应在 48 h 内使用,用前摇匀。

c)浊度标准液的制备:取浊度标准原液与水,按照表 1 配制。标准液应用前现配,并摇匀。

表 1 浊度标准液

级 号	0.5	1	2	3	4
浊度标准原液(mL)	2.5	5.0	10.0	30.0	50.0
水(mL)	97.5	95.0	90.0	70.0	50.0

1.1.3 供试溶液制备

按产品标准要求的方法制备供试溶液。

1.1.4 试验步骤

在室温下,取按产品标准要求制备的供试溶液 25 mL(或 50 mL),另取等量产品标准规定级号的浊度标准液分别置于配对的 25 mL(或 50 mL)纳氏比色管中,在浊度标准液制备 5 min 后,在暗室内垂直同置于伞棚灯下,照度为 1000 lx,从水平方向观察、比较。除产品标准另有规定外,供试溶液制备后,应立即用正常视力或矫正视力检测供试溶液的浊度。

1.2 色泽的测定

依据产品标准规定测定。

起草人:岳卫华 潘四春(北京医疗器械质量监督检验中心)

复核人:仲志真(上海医疗器械质量监督检验中心)

阎玉秀(沈阳医疗器械质量监督检验中心)

定稿人:施燕平(济南医疗器械质量监督检验中心)

2 还原物质(易氧化物)

2.1 直接滴定法

2.1.1 简述

高锰酸钾是强氧化剂,在酸性介质中,高锰酸钾与还原物质草酸钠作用, MnO_4^- 被还原为 Mn^{2+} 。



2.1.2 仪器

分析天平:精度为0.1 mg。

2.1.3 溶液的配制

a)稀硫酸(20%):量取128 mL硫酸,缓缓注入500 mL水中,冷却后稀释至1000 mL。

b) $c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0.05 \text{ mol/L}$ 草酸钠标准溶液:称取105℃下干燥至恒重的草酸钠6.700 g,加水溶解并稀释至1000 mL。

[注]为使草酸钠易于溶解,可置于40℃左右水浴上加热溶解,冷却后稀释定容。

c) $c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0.005 \text{ mol/L}$ 草酸钠标准溶液:用前取0.05 mol/L草酸钠标准溶液适量,加水准确稀释10倍。

d) $c(\text{KMnO}_4) = 0.02 \text{ mol/L}$ 高锰酸钾标准溶液:取3.3 g高锰酸钾,加水1050 mL,煮沸15 min,加水至1000 mL,密塞后置于暗处两周,用微孔玻璃漏斗过滤,摇匀。标定其浓度。

e) $c(\text{KMnO}_4) = 0.02 \text{ mol/L}$ 高锰酸钾标准溶液的标定:取105℃下干燥至恒重的基准草酸钠约0.2 g,精确称重,加入100 mL硫酸溶液(8+92),搅拌使之溶解。自滴定管中迅速将25 mL待标定的高锰酸钾标准溶液加入到本液中,待褪色后,加热至65℃,继续滴定至溶液呈浅粉红色,并保持30 s不褪。当滴定终了时,溶液温度应不低于55℃,同时做空白试验。制备的标准溶液浓度与规定浓度的相对误差不得大于5%。

f) $c(\text{KMnO}_4) = 0.002 \text{ mol/L}$ 高锰酸钾标准溶液:临用前取0.02 mol/L高锰酸钾标准溶液,加水准确稀释10倍。必要时,煮沸,放冷,过滤,再标定其浓度。

[注]每6.7 mg草酸钠相当于0.02 mol/L高锰酸钾标准溶液1 mL。

2.1.4 供试溶液制备

按产品标准要求的方法制备供试溶液。

2.1.5 试验步骤

取供试溶液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溶液3.00 mL,稀硫酸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

5.00 mL,置于水浴上加热至 75 ℃~80 ℃(注意应控制温度不低于 60 ℃,也不高于 90 ℃,既保证定量反应需要的温度条件,又避免草酸分解),用产品标准中规定浓度的高锰酸钾标准溶液滴定至显浅粉红色,并保持 30 s 不褪色为终点,同时与同批空白对照液相比较。平行测定供试溶液,两次滴定结果体积之差不应超过 0.05 mL,结果取平均值。

[注] $c(\text{KMnO}_4)=0.02 \text{ mol/L}$ 高锰酸钾标准溶液对应 $c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.05 \text{ mol/L}$ 的草酸钠标准溶液;
 $c(\text{KMnO}_4)=0.002 \text{ mol/L}$ 高锰酸钾标准溶液对应 $c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.005 \text{ mol/L}$ 的草酸钠标准溶液。

2.1.6 结果计算

还原物质含量用消耗高锰酸钾标准溶液的量表示,按下列公式计算:

$$V = \frac{(V_s - V_o)c_s}{c_o}$$

式中: V ——消耗高锰酸钾标准溶液的体积, mL;

V_s ——供试溶液消耗滴定液高锰酸钾标准溶液的体积, mL;

V_o ——空白液消耗滴定液高锰酸钾标准溶液的体积, mL;

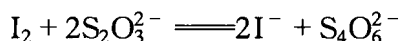
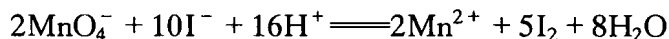
c_s ——滴定液高锰酸钾标准溶液的实际浓度, mol/L;

c_o ——标准中规定的高锰酸钾标准溶液的浓度, mol/L。

2.2 间接滴定法

2.2.1 简述

还原物质在酸性条件下加热时,被强氧化物质高锰酸钾氧化,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,以淀粉溶液为指示剂,滴定至蓝色消失即为终点。反应式如下:



2.2.2 仪器

分析天平:精度为 0.1 mg。

2.2.3 溶液的配制

a) 稀硫酸(20%):量取 128 mL 硫酸,缓缓注入 500 mL 水中,冷却后稀释至 1000 mL。

b) $c(\text{KMnO}_4)=0.002 \text{ mol/L}$ 高锰酸钾标准溶液:临用前精密移取 0.02 mol/L 高锰酸钾标准溶液,加水准确稀释 10 倍。

c) 淀粉指示液:取可溶性淀粉 0.5 g 加水 5 mL 搅匀后,缓缓浸入 100 mL 沸水中,随加随搅拌,继续煮沸 2 min,放冷,倾取上层清液即得。本液应用前现配。

d) $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 硫代硫酸钠标准溶液:称取 26 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)或 16 g 无水硫代硫酸钠,溶于 1000 mL 水中,缓缓煮沸 10 min,冷却,加水至 1000 mL。置两周后过滤,标定其浓度。

e) $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 硫代硫酸钠标准溶液的标定:称取 0.15 g 于 120 ℃ 烘干至恒重的基准重铬酸钾,精确称重置于碘量瓶中,溶于 25 mL 水,加 2g 碘化钾及 20 mL 稀硫酸(20%),摇匀,于暗处放置 10 min,加水 150 mL,用配制好的硫代硫酸钠标准溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$]

滴定,近终点时加 3 mL 淀粉指示液(5 g/L),继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。制备的标准溶液浓度与规定浓度的相对误差不得大于 5%。

f) $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$ 硫代硫酸钠标准溶液:临用前精密移取 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液,用新煮沸并冷却的水准确稀释 10 倍。

[注]为保证氧化还原滴定结果平行,建议使用碘化钾溶液(10 g/100 mL)。用前现配。

2.2.4 供试溶液制备

按产品标准要求的方法制备供试溶液。

2.2.5 试验步骤

精密移取产品标准规定量的供试溶液于碘量瓶中,参照表 2 加入规定量的 20% 的硫酸溶液后精密移取高锰酸钾标准溶液 [$c(\text{KMnO}_4) = 0.002 \text{ mol/L}$]。将碘量瓶置于电炉或加热板上煮沸 3 min,迅速冷却到室温后,加入下表中对应量的碘化钾溶液或碘化钾固体,密塞摇匀后水封,立即用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$] 滴定至淡黄色,加入淀粉指示剂 0.25 mL(4~5 滴),继续用硫代硫酸钠标准溶液滴定至无色,平行测定供试溶液,两次滴定结果体积之差不应超过 0.05 mL,结果取平均值;如果滴定结果超差,应重新平行取样滴定。同法滴定空白对照液,并计算结果。

表 2 还原物质间接滴定法试剂加入量

供试溶液取量 (mL)	$c(\text{KMnO}_4)$ 为 0.002 mol/L 高锰酸钾标准溶液(mL)	20% 硫酸溶液 加入量(mL)	碘化钾溶液 (10g/100mL) 加入量(mL)	碘化钾固体 加入量(g)
10	10.00	1	1	0.1
20	20.00	2	10	1.0

2.2.6 结果计算

还原物质含量用消耗高锰酸钾标准溶液的量表示,按下列公式计算:

$$V = \frac{(V_o - V_s)c_s}{c_o}$$

式中: V ——消耗高锰酸钾标准溶液的体积, mL;

V_s ——供试溶液消耗滴定液硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

V_o ——空白液消耗滴定液硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

c_s ——滴定液硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度, mol/L;

c_o ——标准中规定的 $c(1/5\text{KMnO}_4)$ 标准溶液的浓度, mol/L。

[注] $c(\text{KMnO}_4) = 0.002 \text{ mol/L}$ 相当于 $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

起草人:岳卫华 潘四春(北京医疗器械质量监督检验中心)

复核人:仲志真(上海医疗器械质量监督检验中心)

阎玉秀(沈阳医疗器械质量监督检验中心)

定稿人:施燕平(济南医疗器械质量监督检验中心)

3 氯化物

3.1 简述

氯离子在硝酸介质条件下与硝酸银反应生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时,在一定时间内,氯化银呈悬浮体时溶液浑浊,可根据氯化银产生的浊度半定量测定供试溶液中氯化物的含量。

3.2 仪器

分析天平:精度为 0.1 mg。

3.3 溶液的配制

a) 氯化钠标准贮备液(氯的标准浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取 0.165 g 经 110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥恒重的氯化钠,定容于 1000 mL 容量瓶中。

b) 氯化钠标准溶液:依据产品标准要求,检验前用氯化钠标准贮备液准确稀释而得。

c) 硝酸银试液:取硝酸银 1.75 g,加水溶解并稀释至 100 mL,贮存在棕色瓶内,避光保存。

d) 稀硝酸:取 105 mL 浓硝酸,用水稀释至 1000 mL。

3.4 供试溶液制备

按产品标准要求的方法制备供试溶液。

3.5 试验步骤

取供试溶液 10 mL,加入 50 mL 纳氏比色管中,加入 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),加水至约 40 mL,作为供试溶液管。

另取 10 mL 氯化钠标准溶液于另一 50 mL 纳氏比色管中,加 10 mL 稀硝酸,加水至约 40 mL,摇匀即得标准对照液管。

在上述两个比色管中分别加入硝酸银试液 1.0 mL,用水稀释至 50 mL,摇匀,在暗处放置 5 min,在黑色背景上从比色管上方观察、比较供试溶液管与标准对照液管的浊度。

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,再加规定量的标准氯化钠溶液与水适量使成 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,按上述方法与对照液比较。

[注]为防止过滤过程中引入滤纸中的氯产生污染,先用热去离子水洗涤滤纸几次,再过滤供试溶液。

起草人:岳卫华 潘四春(北京医疗器械质量监督检验中心)

复核人:仲志真(上海医疗器械质量监督检验中心)

阎玉秀(沈阳医疗器械质量监督检验中心)

定稿人:施燕平(济南医疗器械质量监督检验中心)

4 酸碱度

4.1 方法一

4.1.1 仪器

酸度计:应符合测定精度要求。

4.1.2 溶液的配制

标准缓冲溶液(校正酸度计用):按照使用说明书的方法配制。

4.1.3 供试溶液制备

按产品标准要求的方法制备供试溶液。

4.1.4 试验步骤

按酸度计的使用说明书校准酸度计。

取供试溶液及空白对照液分别测定其 pH 值,计算两者之差。

[注]对于 pH 值难以稳定的供试溶液,通常采取在相同时间内分别测定空白对照液和供试溶液的方法。

4.2 方法二

4.2.1 仪器

分析天平:精度为 0.1 mg。

4.2.2 溶液的配制

a) $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 氢氧化钠标准溶液:

配制:称取 110 g 氢氧化钠,溶于 100 mL 无二氧化碳的水中,摇匀,注入聚乙烯容器中,密闭放置至溶液清亮。用塑料管量取上层清液 5.4 mL,用无二氧化碳的水稀释至 1000 mL,摇匀。

标定:称取于 105 °C ~ 110 °C 烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾 0.75 g,精确称重,加无二氧化碳的水 50 mL 溶解,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用配制好的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。同时做空白试验。

计算:氢氧化钠标准滴定溶液的浓度以 mol/L 表示,按照下式计算。

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2)M}$$

式中: m ——邻苯二甲酸氢钾的准确称取质量,g;

V_1 ——氢氧化钠溶液的体积,mL;

V_2 ——空白试验氢氧化钠溶液的体积,mL;

M ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,克每摩尔(g/mol)[$M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 204.22$]。

b) $c(\text{NaOH}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 氢氧化钠标准溶液:临用前精确移取 a) 氢氧化钠标准溶液加水准确稀释 10 倍。

c) $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 盐酸标准溶液:

配制:量取 9 mL 盐酸,溶于 1000 mL 水中,摇匀。

标定:称取于 270 °C ~ 300 °C 高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂无水碳酸钠 0.2 g,精确称重,用水 50 mL 溶解,加 10 滴溴甲酚绿 - 甲基红指示液,用配制好的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

计算:盐酸标准滴定溶液的浓度以 mol/L 表示,按照下式计算。