

4223 硅橡胶密封件特定残留物检查法

本法适用于硅橡胶密封件中来源于配方和工艺的特定残留物的检查。

含苯化合物 取供试品 2.0g, 精密称定, 加正己烷 100ml, 称重。加热回流 4 小时, 冷却至室温, 用正己烷补足减失重量。用 G3 或 G4 垂熔漏斗快速滤过, 取续滤液作为供试液, 同法制备空白液。

取上述两种溶液, 照紫外-可见分光光度法 (通则 0401), 在 250~340nm 的波长处测定最大吸光度。

正己烷不挥发物 量取含苯化合物项下供试液及空白液各 25.0ml, 分别置已恒重的蒸发皿中, 水浴蒸干, 再在 105℃干燥 1 小时后称重, 计算供试液与空白液不挥发物重量之差。

挥发性物质 取经无水氯化钙干燥 48 小时后的供试品 5.0g, 精密称定, 置已恒重的称量瓶中, 在 200℃干燥 4 小时, 精密称定, 计算供试品减失重量。

$$X(\%) = \frac{(m_0 + m_b) - m_1}{m_0} \times 100\%$$

式中 X 为减失重量的百分比, %;

m_0 为供试品初始重量, g;

m_b 为已恒重称量瓶重量, g;

m_1 为加热干燥后供试品和称量瓶总重量, g。

矿物油 取供试品 2.0g, 置具塞锥形瓶中, 加氨水-吡啶(5:95)混合液 30ml, 振摇 2 小时, 滤过, 取续滤液至纳氏比色管中, 置 365nm 的紫外光灯下检查, 观察是否呈荧光; 若呈荧光, 与每 1ml 含有 10 μ g 硫酸奎宁的 0.005mol/L 的硫酸溶液比较, 荧光不得更深。

过氧化物 (适用于以过氧化物为催化剂的硅橡胶密封件) 取供试品 5.0g, 加二氯甲烷 150ml, 密闭, 机械搅拌 16 小时, 快速滤过, 滤液收集在碘量瓶中。使瓶中充满氮气, 加入 20%碘化钠冰醋酸溶液 (临用新配) 1ml, 加塞密闭, 充分振摇, 避光静置 30 分钟。加水 50ml, 加淀粉指示液 0.25ml, 立即用硫代硫酸钠滴定液 (0.01mol/L) 滴定至水层无色。同法做空白试验。计算供试品与空白消耗硫代硫酸钠滴定液 (0.01mol/L) 之差。

起草单位: 四川省药品检验研究院 (四川省医疗器械检测中心) 联系电话: 028-64020264

参与单位：上海市食品药品包装材料测试所、江苏博生医用新材料股份有限公司、山东省医疗器械和药品包装检验研究院、中国医药包装协会

硅橡胶密封件特定残留物测定法起草说明

一、制定的目的意义。配套《药品包装用橡胶密封件指导原则》的实施，规范硅橡胶材料中特定残留物的检查。

二、制修订的总体思路。考虑与现有国家标准的衔接，方法主体等同采用 YBB000222004-2015《口服制剂用硅橡胶胶塞、垫片》规定的检查方法，铂检查法参考 EP 3.1.9《管路及密封件用硅橡胶弹性体》中铂的检查方法，适用于以铂为催化剂的硅橡胶密封件，在国内未收集到该类型硅橡胶密封件样品，暂不刊载该项。