

4222 橡胶密封件表面硅油量测定法

橡胶密封件需要硅化处理以增加润滑性，使其在贮存及运输过程中减少因摩擦产生的微粒，便于分装与压塞。硅油是一种使用广泛、性能优良的橡胶密封件润滑剂，最常用的是二甲硅油。本方法采用红外光谱原理进行测定，二甲硅油在 $(1260\pm 10)\text{ cm}^{-1}$ 波数具有明显的 Si-CH_3 弯曲振动特征吸收峰，利用此特征波数的吸收峰高进行测定。

本法适用于橡胶密封件表面硅油量的测定。

仪器装置 采用傅里叶变换红外光谱仪测定。仪器应符合通则 0402 的要求，需配备液体池附件。

对照品溶液的制备 取二甲硅油（推荐使用运动黏度 $300\sim 1000\text{ mm}^2/\text{s}$ ）约 0.5g，精密称定，置 25ml 量瓶中，用环己烷溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品贮备液。精密量取对照品贮备液适量，用环己烷定量稀释制成每 1ml 中分别约含 0.3mg、0.5mg、1.0mg、2.0mg、4.0mg 和 10.0mg 的溶液，作为对照品溶液。

供试品溶液的制备 取供试品（表面积不少于 200 cm^2 ），按表面积与异丙醇体积 $2.5\text{ cm}^2/\text{ml}$ 的比例加入异丙醇，浸泡 5 分钟，振摇，将溶液转移至鸡心瓶中，橡胶密封件用异丙醇 20ml 荡洗，洗液合并至鸡心瓶中，于 65°C 旋转蒸干，加环己烷适量溶解，转移至 5ml 量瓶中，用环己烷稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。同法制备空白溶液。

测定法 照透射法（通则 4002 第一法）或衰减全反射法（通则 4002 第二法）测定，将对照品溶液及供试品溶液注入液体池，封口。以环己烷为背景进行扫描，在 $4000\sim 700\text{ cm}^{-1}$ 波数扫描对照品溶液及供试品溶液的红外光谱，分辨率 4 cm^{-1} ，计算在 1260 cm^{-1} 波数附近的吸光度（以峰高计），绘制标准曲线，按以下公式计算橡胶密封件表面硅油量。

$$X = \frac{c \times V}{n} \times 1000$$

式中 X 为供试品表面硅油量， $\mu\text{g}/\text{个}$ ；

c 为标准曲线求出的供试品溶液中硅油浓度， mg/ml ；

V 为环己烷复溶体积，ml；

n 为橡胶密封件取样量，个。

或

31
$$X = \frac{c \times V}{n \times S} \times 1000$$

32 式中 X 为供试品表面硅油量， $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ；

33 c 为标准曲线求出的供试品溶液中硅油浓度， mg/ml ；

34 V 为环己烷复溶体积， ml ；

35 n 为橡胶密封件取样量，个；

36 S 为橡胶密封件表面积， $\text{cm}^2/\text{个}$ 。

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：国家食品药品监督管理局药品包装材料科研检验中心、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、湖北省药品监督检验研究院、中国医药包装协会

橡胶密封件表面硅油量测定法起草说明

一、制定的目的意义

橡胶密封件通常需要使用硅油以增加润滑性，使其在贮存及运输过程中减少因摩擦产生的微粒，便于胶塞的分装与压塞。但过多的硅油可能会影响药品质量和安全，因此对其进行控制是非常有必要的。现行国家药包材标准中仅有预灌封注射器用橡胶活塞产品设置有硅油量检测项目，其余橡胶密封件产品标准均未设置，应填补此空白。

二、参考标准

参考《国家药包材标准》中硅油量测定方法以及 ISO 国际标准、《美国药典》和《欧洲药典》。

三、重点说明的问题

1 规定检测橡胶密封件表面硅油量所用仪器，包括傅里叶变换红外光谱仪，明确仪器需配备液体池附件。

2. 确定供试品的制备方法。为保证使用仪器可准确测量，对样品的数量、溶剂比例及整个提取过程做了相应规定要求。对于测得的量超过标准曲线上限的样品应进行稀释后进样。

3. 测试方法的选用。考虑到企业自身仪器配置的不同，收录了透射法和衰减全反射法两种测试方法，满足不同需求。
4. 设置了两种结果表示方式。考虑到企业不同需求，分别采用两种结果表示方式评价橡胶密封件表面硅油量。
5. 本标准与方法标准，限度规定见相关指导原则项下。

行业标准