**附件1-8 硅橡胶密封件特定残留物测定法征求意见稿**

**4223 硅橡胶密封件特定残留物测定法**

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测定。

**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，用正己烷补足减失重量。用孔径为10～16μm的垂熔玻璃滤器快速过滤，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，计算两者重量之差。

X = -

式中 为供试液不挥发物重量，mg；

为空白液不挥发物重量，mg。

**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，计算供试样减失重量。

× 100%

式中 X 为减失重量的百分比，%；

为供试品初始重量，g；

为已恒重称量瓶重量，g；

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的紫外光下检查，观察是否呈荧光；若呈荧光，与每1ml含有10μg硫酸奎宁的0.005mol/L的硫酸溶液比较。

**过氧化物** 取供试品5.0g，加二氯甲烷150ml，密闭，机械搅拌16小时。快速过滤，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1ml，加塞密闭，充分振摇，避光静置30分钟。加水50ml，用淀粉溶液0.25ml作为指示剂，立即用硫代硫酸钠滴定液（0.01mol/L）滴定至二氯甲烷层无色。同法做空白试验。

**铂** 取供试品1.0g，置于石英坩埚中，点燃并逐渐升温至生成白色残渣，将残渣转移至石墨坩埚中。石英坩埚中加入新配制的硝酸-盐酸（1:3）混合溶液10ml，水浴加热1～2分钟后转移至石墨坩埚。石墨坩埚中加入氯化钾5mg和氢氟酸5ml，水浴蒸发至干。加入氢氟酸5ml并水浴蒸发至干，重复操作两次。加入盐酸溶液（1mol/L）5ml，水浴加热溶解残渣。冷却后将溶液转移至盐酸溶液（1 mol/L）配制的氯化亚锡溶液（250 g/L）1ml中，再用少量盐酸溶液（1mol/L）冲洗石墨坩埚，转移合并，用盐酸溶液（1mol/L）稀释至10.0ml，作为供试液。另取标准铂溶液（30mg/L）1ml，加入盐酸溶液（1 mol/L）配制的氯化亚锡溶液（250g/L）1ml，用盐酸溶液（1mol/L）稀释至10.0ml，作为对照液。比较对照液和供试液的颜色。

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通则》的实施，规范硅橡胶材料中特定残留物的检查。

二、起草过程

根据橡胶密封件类通则制订工作的调整与完善，需制定硅橡胶材料中特定残留物的检查方法。我院在YBB000222004-2015《口服制剂用硅橡胶胶塞、垫片》相关测试方法的基础上，参照EP 3.1.9《管路及密封件用硅橡胶弹性体》，增加催化剂铂的残留量测试，并对标准的文字部分进行了整理和规范。

三、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》规定的测试方法；考虑在部分硅橡胶中采用铂作为催化剂使用的现状以及与国外药典的协调，等同采用EP 3.1.9《管路及密封件用硅橡胶弹性体》规定的铂测试方法。以满足《药品包装用橡胶密封件通则》配套使用的要求，为相关质量协议的制定提供统一的评价工具。