

低硼硅玻璃管制注射剂瓶中锑、砷、铅浸出量的检验研究

李 博

(辽宁鹏宇环境监测有限公司 辽宁 朝阳 122500)

【摘 要】 本论文通过紫外-可见分光光度法和比色法检测低硼硅玻璃管制注射剂瓶中锑、砷、铅的浸出量。实验结果表明:沈阳市XX医药科技有限公司内的包材西林瓶符合中国国家食品药品监督管理局YBB00302002标准。

【关键词】 锑; 砷; 铅; 浸出量; 低硼硅玻璃管制注射剂瓶

一、实验部分

(一) 实验包材

沈阳市XX医药科技有限公司低硼硅玻璃管制注射剂瓶(西林瓶)。

(二) 主要仪器设备和试剂

1. 仪器与设备

UV-1750紫外-可见分光光度计, FA2004N电子天平, 50ml比色管, 容量瓶, 分液漏斗

2. 试剂

(1) 锑标准溶液(10ug/ml): 精密量取10.00ml锑标准贮备液于100ml容量瓶中, 加盐酸稀释至刻度。

(2) 铅标准溶液: 精密量取贮液10.00ml置100ml容量瓶中, 加水稀释至刻度。

(3): 砷标准溶液: 临用前, 精密量取贮备液10ml, 置100ml量瓶, 加稀硫酸10ml, 用水稀释至刻度。

(4) 盐酸溶液: 取100ml浓盐酸, 加水使成120ml。

(5) 氯化亚锡-盐酸溶液(0.1g/ml): 称取氯化亚锡10g, 加100ml浓盐酸溶解。

(6) 亚硝酸钠溶液(0.2g/ml): 称取亚硝酸钠20g, 加水溶解稀释至100ml。

(7) 尿素溶液(0.5g/ml): 称取尿素50g, 加水稀释至100ml, 振荡直至气泡逸完, 即得。

(8) 磷酸溶液: 取25ml浓磷酸, 加水使成50ml。

(9) 0.2%孔雀绿指示液: 称取孔雀绿0.2g, 加冰醋酸稀释至100ml使其溶解。

(10) 碘化钾试液(0.06g/ml): 称取碘2.0g与碘化钾6.0g, 加水稀释至100ml, 即得。

(11) 酸性氯化亚锡试液(0.4g/ml): 称取氯化亚锡20g, 加浓盐酸稀释至50ml, 用真空抽滤泵抽滤, 即得。

(12) 醋酸盐缓冲液(pH=3.5): 称取醋酸铵25g, 加水25ml溶解后, 加7mol/L盐酸溶液38ml, 用2mol/L盐酸或5mol/L氨试液准确调节pH至3.5, 用水稀释至100ml, 即得。

(13) 硫代乙酰胺试液(0.04g/ml): 称取硫代乙酰胺4g, 加水稀释至100ml, 置冰箱(4℃)中保存。临用前取混合液(由1mol/L氢氧化钠溶液15ml、水5ml及甘油20ml组成)5.0ml, 加上述硫代乙酰胺溶液1.0ml, 置沸水浴上加热20分钟, 冷却后立即使用。

二、分析步骤

(一) 锑

中国国家食品药品监督管理局YBB00302002标准规定: 含锑不得过0.7 mg/L

测定原理: 将锑还原为三价锑, 然后再氧化成五价锑, 五价锑离子在pH为7时能与孔雀绿作用形成绿色络合物, 生成的络合物用苯提取后与标准比较定量。

1. 浸泡液、供试液、对照液制备

A. 浸泡液制备: 将试样用浸润过微碱性洗涤剂的软布揩拭表面后, 用自来水洗刷干净, 再用蒸馏水冲洗, 晾干后备用。加入沸乙酸溶液(4%)至距上口边缘1cm处, 加上玻璃盖, 在不低于20℃的室温下浸泡24小时。取溶液备用。

B. 供试液的制备: 精密量取50.00ml浸泡液于蒸发皿中, 加盐酸1滴, 置水浴上蒸干, 冷却后以6ml盐酸溶液分两次洗涤, 将洗液移于125ml分液漏斗中, 并以6ml水洗蒸发皿, 洗液并入分液漏斗中, 滴加2滴氯化亚锡-盐酸溶液(10g/100ml)摇匀后, 静置5分钟。

C. 对照液的制备: 吸取0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml锑标准溶液(相当于0、10、20、30、40、50ug锑), 分别置于125ml分液漏斗中, 各加6ml盐酸溶液及6ml水, 摇匀, 再

各加2滴氯化亚锡-盐酸溶液(10g/100ml)摇匀后, 静置5分钟。

2. 提取及比色:

于所有供试液及对照液的分液漏斗中各加1ml亚硝酸钠溶液(20g/100ml), 摇匀, 再加2ml尿素溶液(50g/100ml), 振荡直至气泡逸完。再各精密加入10.00ml苯、5ml磷酸溶液、0.2%孔雀绿指示液0.5ml及10ml水, 振荡2分钟。静置分层后, 弃去水层, 用干燥脱脂棉过滤苯层至1cm比色皿内, 以未加锑标准溶液的对照液调节零点, 于波长620nm处测定吸光度, 绘制标准曲线并定量计算。

3. 标准曲线的绘制:

分液漏斗编号	0#	1#	2#	3#	4#	5#	样1	样2
10ug/ml锑标准溶液(ml)	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00		
吸光度	0	0.224	0.434	0.628	0.820	0.967	0.076	0.074

4. 计算

$X=m/V$

X-----浸泡液中锑的含量(mg/L)

m-----测定时所取浸泡液中锑的质量(ug)

V-----测定时所取浸泡液的体积(ml)

(二) 砷

中国国家食品药品监督管理局YBB00302002标准规定: 含砷应不得过0.2mg/L

1. 供试品砷斑

精密量取锑检查项下的浸泡液10.00ml, 加盐酸5ml与水16ml, 再加碘化钾试液5ml与酸性氯化亚锡试液5滴, 在室温放置10分钟后, 加锌粒2g, 立即将准备好的导气管与磨口瓶密塞, 使生成的砷化氢气体导入装有醋酸铅棉花的管中, 并将瓶置25~40℃水浴中反应45分钟, 取出溴化汞试纸。

2. 对照砷斑

精密量取标准砷溶液2.00ml(1ug/ml), 同供试品砷斑制备。

颜色比较: 供试品砷斑 浅于 对照砷斑 检验结果: 符合规定

(三) 铅

中国国家食品药品监督管理局YBB00302002标准规定: 含铅应不得过1.0mg/L

3.3.1 供试品管

精密量取锑检查项下浸泡液20.00ml, 置25ml比色管中, 加醋酸盐缓冲液(pH=3.5)2ml, 加水稀释成25ml, 摇匀。再加硫代乙酰胺试液2.0ml, 摇匀, 放置2分钟。

3.3.2 对照管

精密量取标准铅溶液2.00ml, 置另一只25ml比色管中, 同供试品管操作, 放置2分钟。比色: 放置2分钟后, 同置白色背景, 自上向下透视, 比较两管颜色。

颜色比较: 供试品管 浅于 对照管 检验结果: 符合规定

结论

本文通过总结得出: 沈阳市XX医药科技有限公司低硼硅玻璃管制注射剂瓶中锑砷铅含量未超标, 所贮药品对人体健康无危害。

参考文献

[1] 范能全, 杨必勇. 原子荧光法测定药用玻璃瓶中砷含量的研究[J]. 重庆师范大学学报(自然科学版), 2011年06期。

作者简介:

李博(1989年12月), 男, 汉族, 辽宁朝阳人, 辽宁鹏宇环境监测有限公司, 本科, 研究方向检测。