

**《医疗器械生产质量管理规范  
无菌医疗器械实施细则》**

**培训教材**

**（第三册）**

**实验室作业指导书**

**中国医疗器械行业协会医用高分子制品分会**

**二〇一〇年十二月**

# 前 言

质量管理体系的要求是产品要求的补充，医疗器械质量管理体系的要求是对医疗器械产品安全有效要求的补充。《医疗器械生产质量管理规范》（以下简称《规范》）明确了质量管理体系的要求，

《规范》要求医疗器械生产企业通过相应的管理活动、资源提供、产品实现以及测量分析和改进有关的过程，建立一个保障医疗器械生产企业能持续和稳定生产安全、有效医疗器械的质量管理体系。

医疗器械生产的结果要达到安全、有效的目的需要经过上述一系列复杂的过程，过程运行的状况将直接影响其结果的实现。因此要想使医疗器械的生产产品达到安全、有效的目的，对这些过程的有效控制是必不可少的。而上述的过程往往涉及要医疗器械生产企业相关的部门、人员、资源、程序和规章等等，为此要对过程实现有效控制，需要对这些过程所涉及的各个方面提出系统性的要求，《规范》要求的质量管理体系是聚合了众多过程或活动的互有联系的一个系统，这个系统由一些子系统所组成，每个章节可以看成是一个子系统，所谓系统是指每一过程，虽可以成为一个章节，但各个过程之间是有关联性的，不是相互独立的。

国家食品药品监督管理局已于 2009 年 12 月 16 日发布了《医疗器械生产质量管理规范》（以下简称《规范》）和《医疗器械生产质量管理规范无菌医疗器械实施细则》（以下简称《无菌医疗器械实施细则》），无菌医疗器械实施细则是在规范的框架下对这一类产品的具体要求，共 87 条，对每一条都已经分别制定了评分标准，共 254 项，其中重点项目 31 项。为帮助无菌医疗器械生产企业更好实施规范，医疗器械行业协会医用高分子分会聘请行业专家编写《医疗器械生产质量管理规范无菌医疗器械实施细则操作指南》培训教材，本教材共分以下五册：

第一册《操作指南》，试图通过对每一条款的理解，掌握评分标准，提出了理解要点，并为无菌医疗器械生产企业实施规范的要求，在每一条款后编写了操作指南。

第二册《无菌医疗器械生产过程的确认》，是针对当前企业在实施过程中的难点，参照相关资料编写，企图从过程确认的目的，原理并结合实践演练，帮助企业提高过程控制的能力。

第三册《实验室作业指导书》，除了以《一次性使用无菌注射器》和《一次性使用输液器》为例提供了全性能试验的操作规程以外，还编写了生物及化学性能试验的操作规程，对一次性使用输液器等企业有直接的指导意义，对其他的无菌医疗器械企业也有一定的参考价值。

第四册《文件编制和常用表单汇编》，是收集行业内管理相对先进的企业的实践经验，建议企业如何编制《规范》文件 and 设计表单，汇编中提供的表单虽不是唯一的模式，但提供一些实用表单和格式可以作为参考，有助于规范的实施。

第五册《无菌医疗器械相关法规和技术标准汇编》，作为本教材的配套资料，收集了医疗器械相关法律法规、基础标准和通用标准，作为资料性的汇编，将有助于企业的技术和管理人员对资料的应用。由于技术标准篇幅冗长，因此刻制光盘提供企业。

中国医疗器械行业协会医用高分子制品分会为提高行业的总体管理水平，组织了专门的力量收集了大量的资料，用了将近一年的时间撰写本指南。指南所给出的案例并非唯一的，仅供企业参考，企业应根据自己的产品和质量体系的特点，按照《规范》的要求确定自己的做法。由于编写人员水平有限，而且时间仓促，《指南》中难免有各种遗漏和错误之处，请行业内有识之士在使用中多提宝贵意见，以便今后进一步修订和完善。

医用高分子制品分会为编写本指南付出辛勤劳动的行业专家徐研佑、舒梦陶、李家忠、何国柱、孟繁荣、张洪辉表示衷心感谢。本指南中一些资料来自网络，在此向在网络上提供优秀资料的作者表示衷心感谢。

# 目 录

|                                       |            |
|---------------------------------------|------------|
| <b>第一章 产品全性能检验操作规程范例</b> .....        | <b>1</b>   |
| 范例 1、一次性使用无菌注射器检验规程 .....             | 2          |
| 范例 2、一次性使用输液器产品检验规程 .....             | 10         |
| <b>第二章 实验室管理操作规程范例</b> .....          | <b>19</b>  |
| 范例 1、胶乳微粒标准物质期间核查操作规程 .....           | 20         |
| 范例 2、洁净室(区)环境检测操作规程 .....             | 23         |
| 范例 3、气相色谱运行检查操作规程 .....               | 39         |
| <b>第三章 生物学实验操作规程范例</b> .....          | <b>44</b>  |
| 范例 1、无菌试验操作规程 .....                   | 45         |
| 范例 2、细菌内毒素试验操作规程 .....                | 51         |
| <b>第四章 化学实验操作规程范例</b> .....           | <b>55</b>  |
| 范例 1、铵离子测定操作规程 .....                  | 56         |
| 范例 2、炽灼残渣分析方法操作规程 .....               | 59         |
| 范例 3、化学试剂标准滴定溶液的制备规程 .....            | 61         |
| 范例 4、还原物质(间接法)检验操作规程 .....            | 85         |
| 范例 5、环氧乙烷残留量(GC 法)操作规程 .....          | 89         |
| 范例 6、环氧乙烷残留量(比色法)检验操作规程 .....         | 95         |
| 范例 7、氯化物测定操作规程.....                   | 100        |
| 范例 8、酸碱度(滴定法)试验操作规程.....              | 103        |
| 范例 9、酸碱度(酸度计法)检测操作规程.....             | 105        |
| 范例 10、蒸发残渣检测操作规程 .....                | 111        |
| 范例 11、重金属含量检测操作规程 .....               | 114        |
| <b>第五章 化学检测记录范例</b> .....             | <b>117</b> |
| 范例 1、还原物质(间接法)检测记录 .....              | 119        |
| 范例 2、重金属含量检测记录(适用于输液器检测) .....        | 120        |
| 范例 3、输液器还原物质(间接法)检测记录(适用于输液器检测) ..... | 121        |
| 范例 4、输液器酸碱度(滴定)检测记录(适用于输液器检测) .....   | 122        |
| 范例 5、输液器重金属含量检测记录(适用于输液器检测) .....     | 123        |

|                                        |     |
|----------------------------------------|-----|
| 范例 6、还原物质（直接法）检测记录 .....               | 124 |
| 范例 7-1、不锈钢针管耐腐蚀性检测记录.....              | 125 |
| 范例 7-2、耐腐蚀性检测原始记录.....                 | 126 |
| 范例 7-3、不锈钢针管耐腐蚀性检测原始记录.....            | 127 |
| 范例 8、重金属含量检测记录.....                    | 128 |
| 范例 9、还原物质（间接法）检测记录.....                | 129 |
| 范例 10、还原物质（直接法）检测记录 .....              | 130 |
| 范例 11、耐腐蚀性检测原始记录 .....                 | 131 |
| 范例 12、氯化物含量检测记录 .....                  | 132 |
| 范例 13、酸碱度（仪器法）检测记录 .....               | 133 |
| 范例 14、蒸发残渣检测记录 .....                   | 134 |
| 范例 15-1、重金属含量检测记录-1 .....              | 135 |
| 范例 15-2、重金属含量检测记录-2 .....              | 136 |
| 范例 16、紫外吸光度原始记录 .....                  | 137 |
| <b>附录 1 微生物限度检查法（《中国药典》2010 版XI J）</b> |     |

编者说明:本册提供的范例,未对每个文件的企业标识、文件编号、版次号、表单序号和受控状态作出规定,企业应根据需求确定内容和标记位置。

|                           |    |
|---------------------------|----|
| 第一章 产品全性能检验操作规程范例 .....   | 1  |
| 范例 1、一次性使用无菌注射器检验规程 ..... | 2  |
| 范例 2、一次性使用输液器产品检验规程 ..... | 10 |

操作规程

一次性使用无菌注射器  
检验规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用无菌注射器检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

1. 本规程规定了一次性使用无菌注射器的试验项目、试验方法、抽样和判定规则。

本规程适用于一次性使用无菌注射器(以下简称注射器)的检验。

## 2. 检验依据

GB 15810-2001 一次性使用无菌注射器

## 3. 引用标准

GB/T1962.1-2001 注射器、注射针及其他医疗器械 6%(鲁尔)圆锥接头 第1部分:通用要求

GB/T1962.2-2001 注射器、注射针及其他医疗器械 6%(鲁尔)圆锥接头 第2部分:锁定接头

GB/T 2828\_1-2003 逐批检查计数抽样程序及抽样表(适用于连续批的检查)

GR/T 2829-2002 周期检验计数抽样程序及表(适用于对过程稳定性的检验)

GB6682-1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T14233.1-2008 医用输液、输血、注射器具检验方法,第1部分:化学分析方法

GB/T14233.2-2005 医用输液、输血、注射器具检验方法,第2部分:生物学试验方法

GB/T1 6886.1-2001 医疗器械生物学评价第1部分:评价与试验

YYIT0243-2003 一次性使用无菌注射器用活塞橡胶

YY/T0313-1998 医用高分子制品包装、标志、运输和贮存

## 4. 样品数量判定规则:

检验结果应满足 GB15810 中附录 C 的规定,否则就认为不合格。

## 5. 检验:

### 5.1 检验前的准备:

5.1.1 应对样品进行有效性确认,并对样品做好编号或标识。

5.1.2 确认下列仪器、设备的有效性,包括仪器、设备的检定周期和性能:

a) 分析天平

b) 水浴锅

c) 离心机

d) 电炉

e) 一次性使用无菌注射器滑动性能测试仪

f) 一次性使用无菌注射器密合性正压测试仪

g) 一次性使用无菌注射器密合性负压测试仪

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用无菌注射器检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

h) 卷尺

i) 干燥箱

J) 霉菌培养箱

k) 细菌培养箱

l) 注射器密合性与分离力检测仪

m) 超净工作台

5.1.3 填写《检验原始记录》

首先调节实验室环境的温度和相对湿度，并记录。

5.2 检验顺序:按标准规定。

5.3 检验项目:

5.3.1 外圆锥接头(标准 5.9.2 条)

5.3.1.1 标准要求:注射器锥头的外圆锥接头应符合 GB/T 1962.1 或 GB/T1962.2 的规定。

5.3.1.2 试验方法:按 GB/T 1962.1 或 GB/T1962.2 中的方法进行。

5.3.1.3 检验结果判定:按 GB15810 第 5.9.2 条判定。

5.3.2 器身密合性(正压)(标准 5.10.2 条)

5.3.2.1 标准要求:将注射器吸入公称容量的水，用表 1 规定的轴向力及侧向力，对芯杆作用 30s} 外套与活塞接触的部位不得有漏液现象。

5.3.2.2 试验方法:按 GB15810 第 6.6 条规定的方法进行。

5.3.2.3 检验结果判定:按 GB 15810 第 5.10.2 条判定。

5.3.3 器身密合性〔抽吸漏气性〕(标准 5.10.2 条)

5.3.3.1 标准要求:在 88kPa 负压作用下保持 60s±5s，外套与活塞接触部位不得产生漏气现象，且活塞与芯杆不得脱离。

5.3.3.2 试验方法:按 GB15810 第 6.6 条规定的方法进行。

5.3.3.3 检验结果判定:按 GB15810 第 5.10.2 条判定。

5.3.4 容量允差:(标准 5.10.3 条)

5.3.4.1 标准要求:小于二分之一公称容量和大于二分之一公称容量的最大允差应符合表 2 中的有关规定。

5.3.4.2 试验方法:按 GB15810 第 6.7 条规定的方法进行。

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用无菌注射器检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

- 5.3.4.3 检验结果判定:按 GB15810 中表 2 判定。
- 5.3.5 外观:(标准 5.1 条)
- 5.3.5.1 标准要求:在 3001x~7001x 的照度下,注射器应清洁、无微粒和异物;注射器不得有毛边、毛刺、塑流、缺损等缺陷;注射器的外套应有足够的透明度,能清晰的看到基准线;注射器的内表面(包括橡胶活塞),不得有明显可见的润滑油汇聚。
- 5.3.5.2 试验方法:目测
- 5.3.5.3 检验结果判定:按 GB15810 第 5.1 条判定。
- 5.3.6 标尺长度(标准 5.2.1 条)
- 5.3.6.1 标准要求:注射器有一个标尺或一个以上的标尺,且标尺应符合表 1 的规定。
- 5.3.6.2 试验方法:用通用或专用量具测量。
- 5.3.6.3 检验结果判定:按 GB15810 中表 1 判定。
- 5.3.7 附加标尺:(标准 5.2.2 条)
- 5.3.7.1 标准要求:注射器允许在公称容量标尺 外延长附加标尺,其延长的附加标尺与公称容量标尺应加以区别,其区别方法如: a.把公称容量的计量数字用圆圈圈起来; b.附加标尺的计量数字用更小的计量数字来表示 c.附加标尺的分度容量线用更短的刻度线表示; d. 附加标尺长度的垂直线用虚线表示。
- 5.3.7.2 试验方法:目测
- 5.3.7.3 检验结果判定:按 GB15810 第 5.2.2 条判定。
- 5.3.8 标尺的刻度容量线(标准 5.3 条)。
- 5.3.8.1 标准要求: 标尺应按表 2 规定的分度值表明刻度容最线;零位线的印刷位置应外套封底的内边缘线相切,当芯杆完全入外套封底推端时零位线应与活塞上的基准线重合,其误差必须在最小分度间隔的四分之一范围内;刻度容量线应在零位线至总容量刻度容量线之间,沿外套长轴均匀分隔;当注射器保持垂直位置时,所有等长的刻度容量线的一端应在垂直方向上相互对齐;次刻度容量线长度约为主刻度容量线的二分之一。
- 5.3.8.2 试验方法:目测
- 3.8.3 检验结果判定: 按 GB15810 第 5.3 条及表 2 判定。
- 5.3.9 标尺上的计量数字: (标准 5.4 条)

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用无菌注射器检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

5.3.9.1 标准要求：将注射器垂直握住。锥头向上，计量数字应成正立字形；标尺上的计量数字应与相应的刻度容量线末端的延长线相交，但不得接触；计量数字的排列顺序，应从外套封底端的零位线开始，“零”字可以省略，各种规格的注射器计量数字标示应符合图 2 的规定。

5.3.9.2 试验方法：目测

5.3.9.3 检验结果判定:按 GB15810 第 5.4 条判定。

5.3.10 标尺的印刷(标准 5.5 条)

5.3.10.1 标准要求:偏头式注射器：其标尺应印在锥头的对面一侧；中头式注射器：其标尺应印在外套卷边的任意一侧；标尺的分度容量线及计量数字印刷应完整，字迹清楚，线条清晰，粗细均匀。

5.3.10.2 试验方法:目测

5.3.10.3 检验结果判定:按 GB15810 第 5.5 条判定。

5.3.11 外套长度：(标准 5.6.1 条)

5.3.11.1 标准要求：注射器外套的最大可用容量的长度至少比公称容量长度长 10%。

5.3.11.2 试验方法：用通用量具测量

5.3.11.3 检验结果判定：按 GB15810 第 5.6.1 条判定。

5.3.12 外套卷边：（标准 5.6.2 条）

5.3.12.1 标准要求：注射器外套的开口处应有卷边，以确保注射器任意放置在与水平成 10° 夹角的平面上时不得转过 180° 。

5.3.12.2 试验方法：按 GB15810 第 6.3 条规定的方法进行

5.3.12.3 检验结果判定：按 GB15810 第 5.6.2 条判定

5.3.13 按手间距（标准 5.7 条）

5.3.13.1 标准要求：当芯杆完全推入到外套封底时，使活塞的基准线与零位线重合，从卷边内表面到按手外表面的优选最小长度应符合表 2 规定的间距。

5.3.13.2 试验方法：用通用量具测量。

5.3.13.3 检验结果判定：按 GB 15810 第 5.7 条判定。

5.3.14 橡胶活塞：(标准 5.8 条)

5.3.14.1 标准要求：橡胶活塞应无胶丝、胶屑、外来杂质、喷箱，应符合 YY/T0243 的规定，其他材料制成的活塞应符合相应标准的规定；活塞与外套的配合。当注射器被注入水后，保持垂直

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用无菌注射器检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

时，芯杆不得因其自身重量而移动。

5.3.14.2 试验方法：目测

5.3.14.3 检验结果判定：按 GB15810 第 5.8 条判定。

5.3.15 锥孔直径: (标准 5.9.1 条)

5.3.15.1 标准要求：锥头孔直径应不 1.2mm 。

5.3.15.2 试验方法：用通用量具测量。

5.3.15.3 检验结果判定：按 GB 15810 第 5.9.1 条判定。

5.3.1 b 中头式锥头位置(标准 5.9.3 条)

5.3.16.1 标准要求：锥头应位于外套封底端的中央，与外套在同一轴线上，

5.3.16.2 试验方法：目测。

5.3.16.3 检验结果判定：按 GB15810 第 5.9.3 条判定。

5.3.17 偏头式锥头位置：(标准 5.9.4 条)

5.3.17.1 标准要求：锥头在外套封底端偏离中心，应位于外套卷边短轴一侧的中心线上，且锥头轴线与外套内表面最近点之间距离不得 4.5mm 。

5.3.17.2 试验方法：用通用量具测量。

5.3.i 7.3 检验结果判定：按 GB 15810 第 5.9.4 条判定。

5.3.18 滑动性能: (标准 5.10.1 条)

5.3.18.1 标准要求：注射器应有良好的滑动性能，其推、拉作用力应符合表 3 的规定。

5.3.18.2 试验方法：按 GB15810 中附录 A 规定的方法进行。

5.3.18.3 检验结果判定：按 GB15810 第 5.10.1 条判定。

5.3.19 残留容量(标准 5.10.4 条)

5.3.19.1 标准要求：当芯杆完全推入到外套封底时，其残留在外套内的液体体积不得超过表 1 的规定。

5.3.19.2 试验方法：按 GB15810 第 6.8 条规定的方法进行。

5.3.19.3 检验结果判定：按 GBt5810 第 5.14.4 条判定。

5.3.20 可萃取金属: (标准 5.11.1 条)

5.3.20.1 标准要求：注射器浸取液与同批空白对照液对照，铅、锌、锡、铁的总含量应 $\leq 5 \mu\text{g/mL}$ ，锡的含量应 $\leq 0.1 \mu\text{g/mL}$ 。

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用无菌注射器检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

5.3.20.2 试验方法：按 GB15810 第 6.9.2 条规定的方法进行（检验液的制备按 GB/T14233.1-2008 表 1 中序号四的方法进行）。

5.3.20.3 检验结果判定：按 GB 15810 第 5.11.1 条判定。

5.3.21 酸碱度：(标准 5.11.2 条)

5.3.21.1 标准要求：注射器浸取液的 P<sub>H</sub> 值与同批空白对照液对照.PH 值之差不得超过 1.0e

5.3.21.2 试验方法：按 GB15810 第 6.9.3 条规定的方法进行(检验液的制备按 GB/T14233.1-2008 表 1 中序号四的方法进行)。

5.3.21.3 检验结果判定：按 GB15810 第 5.11.2 条判定。

5.3.22 易氧化物：(标准 5.11.3 条)

5.3.22.1 标准要求：注射器浸取液与等体积的同批空白对照液相比，0.002mol/L 的高锰酸钾溶液消耗量之差应≤0.5mL。

5.3.22.2 试验方法：按 GB15810 第 6.9.4 条规定的方法进行。(检验液的制备按 GB/T14233.1-2008 表 1 中序号四的方法进行)

5.3.22.3 检验结果判定：按 GB15810 第 5.11.3 条判定。

5.3.23 环氧乙烷残留量：(标准 5.11.4 条)

5.3.23.1 标准要求：环氧乙烷残留量应≤10 μ g/g。

5.3.23.2 试验方法：按 GB15810 第 6.9.5 条规定的方法进行。(检验液的制备按 GB/T4233.1-2008 表 1 中序号四的方法进行)

5.3.23.3 检验结果判定：按 GB15810 第 5.11.4 条判定。

5.3.24 无菌：(标准 5.12.1 条)

5.3.24.1 标准要求：注射器应无菌。

5.3.24.1.1 产品检验试验方法：按 GB/T14233.2-2005 中无菌试验法进行试验和判定。

5.3.24.1.2 菌片检验试验方法：按生物菌片供应商提供的方法进行检验和判定。

5.3.25 热原：(标准 5.12.2 条)

5.3.25.1 标准要求：注射器应无致热原(或细菌内毒素法)。

5.3.25.2 试验方法:按 GB/T 14233.2-2005 规定的方法进行(兔法可外包)。

5.3.25.3 检验结果判定：家兔试验法按 GB/T14233.2-2005 中 3.6.8 条判定；细菌内毒素试验按 GB/T14233.2-2005 中 4.5.5 条判定。

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用无菌注射器检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

5.3.26 溶血：（标准 5.12.3 条）

5.3.26.1 标准要求：注射器应无溶血反应(溶血率应 $\leq$ 5%)。

5.3.26.2 试验方法：按 GB15810 中附录 B 中规定的方法进行（可外包）。

5.3.25.3 检验结果判定：按 GB 15810 附录 B 的 B4.2.4 中规定的公式计算，溶血率应 $\leq$ 5% 。

5.3.27 急性全身毒性：（标准 5.12.4 条）

5.3.27.1 标准要求：注射器应无急性全身毒性。

5.3.27.2 试验方法：按 GB/T14233.2-2005 中规定的方法进行（可外包）。

5.3.27.3 检验结果判定：按 GB/T14233.2-2005 中第 5.4.7 条判定。

操作规程

一次性使用输液器产品  
检验规程

|   |   |       |
|---|---|-------|
| 编 | 号 | _____ |
| 版 | 本 | 号     |
| 生 | 效 | 日期    |
| 起 | 草 | _____ |
| 审 | 核 | _____ |
| 批 | 准 | _____ |

XXXX 公司

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用输液器产品检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

1 本规程规定了一次性使用输液器-----重力输液式(以下简称为“一次性使用输液器”)的试验项目、试验方法、取样方案和判定规则。

本规程适用于一次性使用输液器的检验。

2 检验依据:

GB8368-2005 一次性使用输液器 重力输液式

3 引用标准:

GB/T 1962.1 注射器、注射针及其他医疗器械 6%锥度(鲁尔)圆锥接头 第1部分:通用要求  
(GB/T 1962.1-2001, idt ISO594-1:1986)

GB/T 1962.2 注射器、注射针及其它医疗器械 6%锥度(鲁尔)圆锥接头 第2部分:锁定锥头  
(GB/T 1962.2-2001, idt ISO594-2: 1998)

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规范和试验方法(neq ISO3696:1987)

GB/T 14233. 1-2008 医用输液、输血、注射器具检验方法第1部分:化学分析方法

GB/T 14233. 2-2005 医用输液、输血、注射器具检验方法第2部分:生物学试验方法

GB 15811-2001 一次性使用无菌注射针(eqv ISO7864:1993)

4 抽样方案和判定规则:

4.1 一次性使用输液器型式试验项目的抽样方案的判定规则应符合 GB 8368 中 NA.12 的规定。

4.2 具体规则如下:

材料毒性评价项目((8.5): n=30 全部合格

物理性能项目(6): n=20 判定数组为 5[0 1]

化学要求(7): n=20 全部合格

生物要求(8.2、8.3、8.4): n=15 全部合格

4.3 抽样数为 150 支。

4.4 综合判定规则:

本次检验合格,必须是所有检验结果满足 GB8368 中第 6 章至第 10 章的各项要求,否则就认为本次检查不合格。

5 检验:

5.1 检验前的准备:

5.1.1 应对样本进行有效性确认,并对样本做好编号等标识。

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用输液器产品检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

2 确认下列仪器的有效性，包括仪器的检定周期和性能：

- a) 锥头密合性测试仪
- b) 正压试验仪
- c) 负压试验仪
- d) 微粒计数器
- e) 悬浮粒子计数器
- f) 秒表
- g) 游标卡尺
- h) 钢卷尺
- i) 标准锥规

5.1.3 确认下列设备的有效性，包括设备的检定周期和性能：

连接牢固度试验装置

注：生化检验项目所用仪器见相关生化检验原始记录表及操作规程

首先调节实验室环境的温度和相对湿度，并记录。

5.2 检验项目：

5.2.1 微粒污染：(标准 6.1 条)

5.2.1.1 标准要求：液体通路表面应光滑并洁净，污染指数应不超过 90。

5.2.1.2 试验方法：按 GB8368 附录 A 中 A.1 条规定的方法进行。

5.2.1.3 检验结果判定：按 GB8368 第 6.1 条判定。

5.2.2 泄漏：(标准 6.2 条)

5.2.2.1 标准要求：应无气体泄漏现象。

5.2.2.2 试验方法：按 GB8368 附录 A 中 A.2 条规定的方法进行。

5.2.2.3 检验结果判定：按 GB8368 第 6.2 条判定。

5.2.3 拉伸强度：(标准 6.3 条)

5.3.3.1 标准要求：输液器液体通道各组件间的连接，不包括保护套，应能承受不小于 15N 的静压力，持续 15s。

5.2.3.2 试验方法：按 GB8368 附录 A 中 A.3 条规定的方法进行。

5.2.3.3 检验结果判定：按 GB8368 第 6.3 条判定。

5.2.4 瓶塞穿刺器尺寸：(标准 6.4 条及 NA.2 )

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用输液器产品检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

5.2.4.1 标准要求:瓶塞穿刺器的尺寸应符合图 4 的规定,宜有一个长度不小于 20mm 的把手。

5.2.4.2 试验方法:用通用量具测量。

5.2.4.3 检验结果判定:按 GB8368 中图 4 判定。

5.2.5 瓶塞穿刺器穿刺性能:(标准 6.4 条及 NA.2 )

5.2.5.1 标准要求:瓶塞穿刺器应能刺透未穿刺过的液体容器的瓶塞,且不宜产生落屑,尖部宜光滑无毛刺。

5.2.5.2 试验方法:按临床使用方法刺穿瓶塞,用肉眼观察应无明显的落屑现象。

5.2.5.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.4 条判定。

5.2.6 进气器件结构及功能:(标准 6.5 条)

5.2.6.1 进气器件的瓶塞穿刺器或针应有保护套,进气器件应有一个空气过滤器,以防止微生物进入它所插入的容器,进气器件可以与瓶塞穿刺器连为一体也可以与之分离,当进气器件插入硬质输液容器时,进入容器的空气应不进入到流出液中,空气过滤器的安装应使所有进入硬质容器的空气都通过它。

5.2.6.2 试验方法:手感目测。

5.2.6.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.5 条判定。

5.2.7 进气器件流量降低率及空气滤除率:(标准 6.5 条及 NA.3 )

5.2.7.1 标准要求:相对于从自由进气的容器的流出液体的流量应不降低 20%; 0.5 μm 以上微粒的有效滤除在 90%以上。

5.2.7.2 试验方法:流量降低率按 GB8368 附录 A 中 A.4 条规定的方法进行;滤除率用悬浮粒子计数器进行计数。

5.2.7.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.5 条判定。

5.2.8 管路外观:(标准 6.6 条)

5.2.8.1 标准要求:管路应透明或足够透明,当有气泡通过时可以用正常或矫正视力分辨水和空气的分界面。

5.2.8.2 试验方法:目测

5.2.8.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.6 条判定。

5.2.9 管路尺寸:(标准 6.6 条)

5.2.9.1 标准要求:输液器的总长度 ≥ 1600mm 时,末端至滴斗的管路[包括注射件(如果有)和外

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用输液器产品检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

圆锥接头]长度允许小于 1500mm，但应不小于 1250mm;输液器的总长度<1600mm 时，末端至滴斗的管路[包括注射件(如果有)和外圆锥接头]长度 $\geq$  1500mm。

5.2.9.2 试验方法:用通用量具测量

5.2.9.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.6 条判定。

5.2.10 药液过滤器:(标准 6.7 条)

5.2.10.1 标准要求:输液器应有一药液过滤器，过滤器对胶乳粒子的滤除率应不小于 80% a

5.2.10.2 试验方法:按 GB8368 附录 A 中 A.5 条规定的方法进行。

5.2.10.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.7 条判定。

5.2.11 滴斗与滴管外观结构特性:(标准 6.8 条)

5.2.11.1 标准要求:滴斗应可以连续观察液滴，液体应经过一插入滴斗的滴管进入滴斗，滴斗应有助于液体充注过程，有弹性，无扁瘪。

5.2.11.2 试验方法:手感目测

5.2.11.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.8 判定。

5.2.12 滴斗与滴管尺寸:(标准 6.8 条及 NA.5 )

5.2.12.1 标准要求: 滴管端距滴斗出口 $\geq$ 40mm，滴管距药液过滤器 $\geq$ 20mm，滴斗壁距滴管终端 $\geq$ 5mm，最小壁厚宜不小于 0.5mm。

5.2.12.2 试验方法:用通用量具测量。

5.2.12.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.8 条判定。

5.2.13 滴斗外体积:(标准 NA.5 )

5.2.13.1 标准要求:外体积宜不小于 1 0cm<sup>3</sup>

5.2.13.2 试验方法:将滴斗两头封住,再将滴斗沉入盛有水的量筒中，读取沉入前和沉入后的刻度差。

5.2.13.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.8 条判定。

5.2.14 滴液重量:(标准 6.8 条)

5.2.14.1 标准要求: 滴重应为 20 或 60 滴(1 $\pm$ 0.1) g

5.2.14.2 试验方法:在(23 $\pm$ 2)℃、流速为((50 $\pm$ 10)滴//min 条件下，以目测数滴斗中的滴液数，同时秒表计时，再用天平称重(当试验液为蒸馏水时)。

5.2.14.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.8 条判定。

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用输液器产品检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

- 5.2.15 流量调节器外观:(标准 6.9 条)
- 5.2.15.1 标准要求:流量调节器应能调节液流从零至最大,对于重力输液系统,不能使用桔黄色流量调节器,流量调节器宜能在一次输液中持续使用而不损伤管路,流量调节器和管路接触在一起贮存时不宜产生有害反应。
- 5.2.15.2 试验方法:手感目测
- 5.2.15.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.9 条判定。
- 5.2.16 流量调节器行程:(标准 NA.6 )
- 5.2.16.1 标准要求:调节行程宜不小于 30mm。
- 5.2.16.2 试验方法:用通用量具测量
- 5.2.16.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.9 条判定。
- 5.2.17 输液流速:(标准 6.10 条)
- 5.2.17.1 标准要求:1m 静压头下,20 滴/mL 的输液器,10min 内,氯化钠溶液流量≥1000mL;或 1m 静压头下,40 滴/ml 的输液器,40min 内,氯化钠溶液流量≥1000mL。
- 5.2.17.2 试验方法:在 1m 静压头下,用量筒量取 10min 内的流量。
- 5.2.17.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.10 条判定。
- 5.2.18 注射件:(标准 6.11 条)
- 5.2.18.1 标准要求:如有自密封性注射件,穿刺后水泄漏应不超过一滴。
- 18.2 试验方法:按 GB8368 附录 A 中 A.6 条规定的方法进行。
- 5.2.18.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.11 条判定。
- 5.2.19 外圆锥接头:(标准 6.12 条)
- 5.2.19.1 标准要求:管路的末端应有一符合 GB/T 1962.1 或 GB/T 1962.2 的外圆锥接头。
- 5.2.19.2 试验方法:按 GB/T 1962.1 或 GB/T 1962.2 中的有关规定进行。
- 5.2.19.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.12 条判定。
- 5.2.20 保护套:(标准 6.13 条及 NA.7 )
- 5.2.20.1 标准要求:输液器终端的保护套应保持瓶塞穿刺器、外圆锥接头和输液器内表面无菌,保护套宜牢靠,但要易于拆除,保护套的长度宜比被保护对象长,且不会自然脱落。
- 5.2.20.2 试验方法:手感目测
- 5.2.20.3 检验结果判定:按 GB8368 第 6.13 条判定。

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用输液器产品检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

- 5.2.21 还原物质:(标准 7.1 条)
- 5.2.21.1 标准要求:高锰酸钾溶液[[c(KMnO<sub>4</sub>)=0.002mol/L]的总量应不超过 2.0mL。
- 5.2.21.2 试验方法:按 GB8368 附录 B 中 B.1 条规定的方法进行制备浸提液和空白液, 再按 GB8368 附录 B 中 B.2 条规定的方法进行。
- 5.2.21.3 检验结果判定:按 GB8368 第 7.1 条判定
- 5.2.22 金属离子:(标准 7.2 条)
- 5.2.22.1 标准要求:浸提液中钡、铬、铜、铅、锡的总含量应不超过 1 μg/ml; 福的含量应不超过 0.1 μg/ml。
- 5.2.22.2 试验方法:按 GB8368 附录 B 中 B.1 条规定的方法进行制备浸提液和空白液, 再按 GB8368 附录 B 中 B.3 条规定的方法进行。
- 5.2.22.3 检验结果判定:按 GB8368 第 7.2 条判定。
- 5.2.23 酸碱度滴定:(标准 7.3 条)
- 5.2.23.1 标准要求:使指示剂颜色变灰色所需的任何一种标准溶液应不超过 1mL。
- 5.2.23.2 试验方法:按 GB8368 附录 B 中 B.1 条规定的方法进行制备浸提液和空白液, 再按 GB8368 附录 B 中 B.4 条规定的方法进行。
- 5.2.23.3 检验结果判定:按 GB8368 第 7.3 条判定。
- 5.2.24 蒸发残渣:(标准 7.4 条)
- 5.2.24.1 标准要求:干燥残渣的总量应不超过 5mg。
- 5.2.24.2 试验方法:按 GB8368 附录 B 中 B.1 条规定的方法进行制备浸提液和空白液, 再按 GB8368 附录 B 中 B.5 条规定的方法进行。
- 5.2.24.3 检验结果判定:按 GB8368 第 7.4 条判定。
- 5.2.25 浸提液紫外吸光度:(标准 7.5 条)
- 5.2.25.1 标准要求:浸提液 S<sub>I</sub> 的吸光度应不大于 0.1。
- 5.2.25.2 试验方法:按 GB8368 附录 B 中 B.1 条规定的方法进行制备浸提液和空白液, 再按 GB8368 附录 B 中 H.6 条规定的方法进行。
- 5.2.25.3 检验结果判定:按 GB8368 第 7.5 条判定。
- 5.2.26 环氧乙烷残留量:(标准 7.6 条)
- 5.2.26.1 标准要求:每套输液器的环氧乙烷残留量应不大于 0.5mg。

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用输液器产品检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

5.2.26.2 试验方法:按 GB/T 14233.1 中规定的方法进行。

5.2.26.3 检验结果判定:按 GB8368 第 7.6 条判定。

5.2.27 无菌:(标准 8.2 条)

5.2.27.1 标准要求:单元容器内的输液器和/或进气器件应经过一确认过的灭菌过程。

5.2.27.2 试验方法:按 GB/T 14233.2 中规定的方法进行。

5.2.27.3 检验结果判定:按 GB8368 第 8.2 条判定。

5.2.27.4 菌片试验方法:按生物菌片供应商提供的方法进行。

5.2.28 热原:(标准 8.3 条)(可外包)

5.2.28.1 标准要求:输液器应无热原。

5.2.28.2 试验方法:按 GB8368 附录 C 中 C.1 条规定的方法进行。

5.2.28.3 检验结果判定:按 GB8368 第 8.3 条判定。

5.2.29 溶血:(标准 8.4 条)

5.2.29.1 标准要求:输液器应无溶血反应。(可外包)

5.2.29.2 试验方法:按 GB/T 14233.2 中规定的检验溶血成分方法进行。

5.2.29.3 检验结果判定:溶血率应不大于 5%a

5.2.30 细胞毒性:(标准 8.5 条)(可外包)

5.2.30.1 标准要求:细胞毒性(应不大于 2 级)。

5.2.30.2 试验方法:按 GB16886.5 中规定的方法进行。

5.2.30.3 检验结果判定:按 GB8368 第 8.5 条判定。

5.2.31 迟发型超敏反应:(标准 8.5 条)(可外包)

5.2.31.1 标准要求:应无迟发型超敏反应。

5.2.31.2 试验方法:按 GB 16886.10 中规定的方法进行。

5.2.31.3 检验结果判定:按 GB8368 第 8.5 条判定。

5.2.32 应无皮内刺激反应:(标准 8.5 条)(可外包)

5.2.32.1 标准要求:应无皮内刺激反应。

5.2.32.2 试验方法:按 GB 16886.10 中规定的方法进行。

5.2.32.3 检验结果判定:按 GB8368 第 8.5 条判定。

5.2.33 急性全身毒性反应:(标准 8.5 条)(可外包)

|                |         |
|----------------|---------|
| 一次性使用输液器产品检验规程 | 文件编号    |
|                | 版本号:    |
|                | 共 页 第 页 |

5.2.3 3.1 标准要求:应无急性全身毒性反应。

5.2.33.2 试验方法:按 GB/T 14233.2 中规定的方法进行。

5.2.33.3 检验结果判定:按 GB8368 第 8.5 条判定。

|                             |    |
|-----------------------------|----|
| 第二章 实验室管理操作规程范例.....        | 19 |
| 范例 1、胶乳微粒标准物质期间核查操作规程 ..... | 20 |
| 范例 2、洁净室(区)环境检测操作规程 .....   | 23 |
| 范例 3、气相色谱运行检查操作规程 .....     | 39 |

胶乳微粒标准物质期间核查  
检验规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|                      |         |
|----------------------|---------|
| 胶乳微粒标准物质期间核查<br>操作规程 | 文件编号    |
|                      | 版本号:    |
|                      | 共 页 第 页 |

#### 一、胶乳微粒标准物质期间核查:

##### 1、目的:

为保证检测结果的正确，确保检验用标准物质的有效，数据的可靠。

##### 2、适用范围:

本标准适用于国家标准品、液在有效使用期内的期间核查。

#### 二、核查内容:

##### 1、标准物质是否在有效期内;

##### 2、采用标准品的标称数量用微粒分析仪按其操作规程实际测得数量之差不大于±5%;

##### 3、液体是否有浑浊现象。

#### 三、周期:

每三月一次的观察及测试核查，由计量管理员与相关科室检验人员共同核查。

#### 四、结果评定:

##### 1、标准品的有效应在生产日期的一年之内;

##### 2、采用标准品的标称数量用微粒分析仪按其操作规程实际测得数量之差不大于±5%;

##### 3、液体是否有浑浊现象。

# 胶乳微粒标准物质期间核查内容表

文件编号:

共 页 第 页

| 胶乳微粒标准物质                                                             |                                                                  |
|----------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|
| 核查内容:<br>1、有效期:一年;<br>2、采用标称数量用微粒应与实际测得数量之差不大于± 596;<br>3、液体是否有浑浊现象。 |                                                                  |
| 核查结果                                                                 |                                                                  |
| 1                                                                    | 是否在有效期内<br>是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> |
| 2                                                                    | 液体是否浑浊<br>是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>  |
| 3                                                                    | 标称值与实际值之差不大于± 5%<br>标称值:          实际值:          允差:              |
| 核<br>查<br>结<br>论                                                     |                                                                  |

核查人:

审核人:

核查日期: 年 月 日

审核日期: 年 月 日

洁净室(区)  
环境检测  
操作规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|                |              |
|----------------|--------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号         |
|                | 版本号:         |
|                | 共 15 页 第 1 页 |

## 一、范围:

本规程规定了洁净室(区)检测的测试要求,测试方法和判定规则。

本规程适用于洁净室(区)测试的九项指标(温度、湿度、风速、换气次数、尘埃粒子、菌落(浮游菌或沉降菌)等性能测试。

## 二、检测依据:

YY 0033 -2000 无菌医疗器械生产管理规范

GB/T 16292-1996 医药工业洁净室(区)悬浮粒子的测试方法

GB/T 16293-1996 医药工业洁净室(区)浮游菌的测试方法

GB/T 16294-1996 医药工业洁净室(区)沉降菌的测试方法

GB 50073-2001 洁净厂房设计规范

GB 50591-2010 洁净室施工及验收规范

## 三、测试规则:

### 3.1 悬浮粒子的测试:

#### 3.1.1 测试条件:

##### a. 温度和湿度

洁净室(区)的温度和相对湿度应与生产及工艺要求相适应(温度 18℃~28℃,相对湿度 45%~65%)

##### b. 压差

空气洁净度不同的洁净室(区)之间的压差应 $\geq 5\text{Pa}$ ,空气洁净度级别要求高的洁净室(区)

对相邻的空气洁净度级别低的洁净室(区)一般要求呈相对正压。

#### 3.1.2 测试状态:

静态测试时,室内测试人员不得多于 2 人。测试报告中应表明测试时所采用的状态。

#### 3.1.3 测试时间:

a. 对单向流,测试应在净化空气调节系统正常运行时间不少于 10min 后开始。

b. 对非单向流,测试应在净化空气调节系统正常运行时间不少于 30min 后开始。

#### 3.1.4 采样点数目及采样位置布置:

|                |              |
|----------------|--------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号         |
|                | 版本号:         |
|                | 共 15 页 第 2 页 |

悬浮粒子洁净度监测的采样点数目及其布置应根据产品的生产及工艺关键操作区设置。采样点布置规则见 GB/T 16292- I 996 医药工业洁净室(区)悬浮粒子的测试方法附录 A。

3.1.4.1 最少采样点数目及限定：

a. 最少采样点数目：

表 1 最少采样点数目

| 面 积 X (m <sup>2</sup> )                    | 洁净度级别 |       |        |        |
|--------------------------------------------|-------|-------|--------|--------|
|                                            | 100   | 10000 | 100000 | 300000 |
| X<10                                       | 2~3   | 2     | 2      | 2      |
| 10≤x<20                                    | 4     | 2     | 2      | 2      |
| 20≤x<40                                    | 8     | 2     | 2      | 2      |
| 40≤x<100                                   | 16    | 4     | 2      | 2      |
| 100≤x<200                                  | 40    | 10    | 3      | 3      |
| 200 ≤ x<400                                | 80    | 20    | 6      | 6      |
| 400≤x<1000                                 | 160   | 40    | 13     | 13     |
| 1000≤x<2000                                | 400   | 100   | 32     | 32     |
| X≥2000                                     | 800   | 200   | 63     | 63     |
| 注：表中的面积，对于单向流洁净室，指的是送风面积，对非单向流洁净室，指的是房间面积。 |       |       |        |        |

b. 采样点的限定：

对任何小洁净室或局部空气净化区域，采样点的数目不得少于 2 个，总采样次数不得少于 5 次。每个采样点的采样次数可以多于 1 次，且不同采样点的采样次数可以不同。

3.1.5 测试方法：

3.1.5.1 方法提要：

测试采用计数浓度法，既通过测定洁净环境内单位体积空气中含大于或等于某粒径的悬浮粒子数，来评定洁净室(区)的悬浮粒子洁净度等级。

3.1.5.2 光散粒子计数器(用于粒径大于或等于 0.5μm 的悬浮粒子计数)

3.1.5.3 光散粒子计数器使用要点

3.1.5.3.1 仪器开机，预热至稳定后，方可按说明书的规定对仪器进行校准。

|                |              |
|----------------|--------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号         |
|                | 版本号:         |
|                | 共 15 页 第 3 页 |

3.1.5.3.2 采样管口置采样点采样时，在确认计数稳定后方可开始连续读数。

3.1.5.3.3 采样管必须干净，严禁渗漏。

3.1.5.3.4 采样管的长度应根据仪器的允许长度。除另有规定外，长度不得大于 1.5m。

3.1.5.3.5 计数器采样口和仪器工作位置应处在同一气压和温度下，以免产生测量误差。

3.1.5.3.6 必须按照仪器的检定周期，以保证测试数据的可靠性。

3.1.6 测试中注意事项：

- a. 在确认洁净室(区)送风量和压差达到要求后，方可采样。
- b. 对于单向流，计数器采样管口朝向应正对气流方向，对于非单向流，采样管口宜向上。
- c. 布置采样点时，应避开回风口。
- d. 采样时，测试人员应在采样口的下风侧。

3.1.7 结果计算：

3.1.7.1 采样点的平均粒子浓度：

$$A = \frac{C_1 + C_2 + \dots + C_n}{N} \dots\dots\dots (1)$$

式中：A—某一采样点的平均粒子浓度，粒/m<sup>3</sup>；

C<sub>i</sub>—某一采样点的粒子浓度(i=1, 2, 3, ……N)，粒/m<sup>3</sup>；

N—某一采样点上的采样次数，次

3.1.7.2 平均值的均值：

$$M = \frac{A_1 + A_2 + \dots + A_n}{L} \dots\dots\dots (2)$$

式中：M—平均值的均值，既洁净室(区)的平均粒子浓度，粒/m<sup>3</sup>；

A<sub>i</sub>—某一采样点的平均粒子浓度(i=1, 2, 3, ……N)，粒/m<sup>3</sup>；

N—某一洁净室(区)内的总采样点数，个。

3.1.7.3 标准误差：

$$SE = \sqrt{\frac{(A_1 - M)^2 + (A_2 - M)^2 + \dots + (A_L - M)^2}{L(L-1)}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：SE—平均值的均值标准误差，粒/m<sup>3</sup>

|                |              |
|----------------|--------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号         |
|                | 版本号:         |
|                | 共 15 页 第 4 页 |

3.1.7.3 标准误差:

$$SE = \sqrt{\frac{(A_1-M)^2 + (A_2-M)^2 + ..... (A_L-M)^2}{L(L-1)}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:SE—平均值的均值标准误差, 粒/m<sup>3</sup>

3.1.7.4 置信上限:

$$UCL=M+t \times SE \dots\dots\dots (4)$$

式中:UCL— 平均值均值的 95%置信上限, 粒/m<sup>3</sup>

t—95%置信上限的 t 分布系数,

表 2 95%置信上限的 t 分布系数表

|                            |      |      |      |      |      |      |      |      |    |
|----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|----|
| 采样点数 L                     | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    | 8    | 9    | >9 |
| t                          | 6.31 | 2.92 | 2.35 | 2.13 | 2.02 | 1.94 | 1.90 | 1.86 |    |
| 注:当长采样点多于 9 点时, 不需要计算 UDL。 |      |      |      |      |      |      |      |      |    |

3.1.7.5 结果评定:

- a. 每个采样点的平均粒子浓度必须低于或等于规定的级别界限, 既 A≤级别界限。
- b. 全部采样点的粒子浓度平均值均值的 95%置信上限必须低于或等于规定的级别界限, 既 UCL≤级别界限。

3.2 浮游菌测试:

3.2.1 测试状态:

- a. 浮游菌测试前, 被测试洁净室(区)温、湿度须达到规定的要求、静压差、换气次数、空气流速必须控制在规定值内。
- b. 浮游菌测试前, 被侧试洁净室(区)已经过消毒。
- c. 测试状态有静态和动态两种, 测试状态的选择必须符合生产要求, 并在报告中注明测试状态。

3.2.2 测试人员:

- a. 测试人员必须穿戴符合环境级别的工作服。
- b. 静态测试时, 室内测试人员不得多于 2 人。

|                |              |
|----------------|--------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号         |
|                | 版本号:         |
|                | 共 15 页 第 5 页 |

3. 2. 3 测试时间:

- a. 对单向流, 如 100 级净化房间及层流工作台, 测试应在净化空调系统正常运行不少于 10min 后开始。
- b. 对非单向流, 如 10000 级、100000 级以下的净化房间, 测试应在净化空调系统正常运行不少于 30min 后开始。

3. 2. 4 浮游菌浓度计算:

3. 2. 4. 1 采样点数量及其布置:

3. 2. 4. 1. 1 最少采样点数目:

浮游菌测试的最少采样点数口分为日常监测及环境验证两种情况, 见表 30

- a) 对每个 100 级洁净操作区域 (如层流罩、层流工作台), 可在离药物敞开口处 30cm 处设测点, 每班一次。
  - b) 对每个 10000 级洁净工作区域(如药物开口 Z 作区)可以工作面处设测点, 每班一次。
3. 2. 4. 1. 2 采样点的位置:

采样点位置可以同悬浮粒子测试点。

- a) 工作区测点位置离地 0. 8m~1. 5m 左右(略高于工作面):
- b) 送风口测点位置离开送风面 30cm 左右;
- c) 可在关键设备或关键工作活动范围处增加测点。

采样点布置的规则见 GB/T 16292-1996 医药工业洁净室(区) 悬浮粒子的测试方法附录 B。

|                |              |
|----------------|--------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号         |
|                | 版本号:         |
|                | 共 15 页 第 6 页 |

表 3 最少采样点数日

| 面积 $x(m^2)$                                                                                                   | 洁净度级别 |    |       |    |        |    |        |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|----|-------|----|--------|----|--------|----|
|                                                                                                               | 100   |    | 10000 |    | 100000 |    | 300000 |    |
|                                                                                                               | 验证    | 监测 | 验证    | 监测 | 验证     | 监测 | 验证     | 监测 |
| $x < 10$                                                                                                      | 2~3   | 1  | 2     | 1  | 2      | —— | 2      |    |
| $10 \leq x < 20$                                                                                              | 4     | 2  | 2     | 1  | 2      | —— | 2      |    |
| $20 \leq x < 40$                                                                                              | 8     | 3  | 2     | 1  | 2      | —— | 2      |    |
| $40 \leq x < 100$                                                                                             | 16    | 4  | 4     | 1  | 2      | —— | 2      |    |
| $100 \leq x < 200$                                                                                            | 40    | —— | 10    | —— | 3      | —— | 3      |    |
| $200 \leq x < 400$                                                                                            | 80    | —— | 20    | —— | 6      | —— | 6      |    |
| 400                                                                                                           | 160   | —— | 40    | —— | 13     | —— | 13     |    |
| 注:1)表 1 中的面积,对于 100 级的单向流洁净室(包括层流上作台),指的是送风口表面积;对于 10000 级,100000 级的非单向流洁净室,指的是房间面积。日常监测的采样点数目由生产工艺的关键操作点来确定。 |       |    |       |    |        |    |        |    |

#### 3.2.4.2 最小采样量

采样量根据日常检测及环境验证定,每次最小采样量见表 4。

| 洁净度级别    | 采样量, L/次 |      |
|----------|----------|------|
|          | 日常监测     | 环境验证 |
| 100 级    | 600      | 1000 |
| 10000 级  | 400      | 500  |
| 100000 级 | 50       | 100  |
| 300000 级 | 50       | /    |

#### 3.2.4.3 采样次数

每个采样点一般采样一次。

|                |              |
|----------------|--------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号         |
|                | 版本号:         |
|                | 共 15 页 第 7 页 |

3.2.4.4 采样注意事项:

- a. 对于单向流或送风日, 采样器采样管口朝向应正对气流方向;对丁几非单向流, 采样管口向\_卜;
- b. 布置采样点时, 至少应离开尘粒较集中的回风口 1m 以上;
- c. 采样时, 测试人员应站在采样口的下风侧。

3.2.5 测试方法:

3.2.5.1 方法提要:

本方法全用计数浓度法, 即通过收集悬游在空气中的生物性粒子于专门的培养基, 经若干时间, 在适宜的生长条件下使其繁殖到可见的菌落进行计数, 从而判定洁净环境内单位体积空气中的活微生物数, 以此来评定洁净室(区)的洁净度。

3.2.5.2 所用的仪器、设备和培养基:

- a) 浮游菌采样器;
- b) 真空抽气泵;
- c) 培养皿;
- d) 培养基;
- e) 恒温培养箱。

3.2.5.3 浮游菌采样器:

浮游菌采样器宜采用撞击法机理的采样器, 一般采用狭缝式采样器或离心式采样器。

3.2.5.4 采用的浮游菌采样器必须要有流量计和定时器。

3.2.5.5 狭缝式采样器的原理:

狭缝式采样器由附加的真空抽气泵抽气, 通过采样器的缝隙式平板, 将采集的空气喷射并撞击到缓慢旋转的平板培养基表面上, 附着的活微生物粒子经培养后形成菌落, 予以计数。

3.2.5.6 离心式采样器的原理:

离心式采样器由于内部风机的高速旋转, 气流从采样器前部吸入从后部流出, 在离心力的使用下, 空气中的活微生物粒子有足够的时间撞击到专用的固形培养条上, 经培养后形成菌落, 予以计数

3.2.5.7 狭缝式采样器的使用要点应严格按仪器说明书的要求进行操作。

|                |              |
|----------------|--------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号         |
|                | 版本号:         |
|                | 共 15 页 第 8 页 |

#### 3.2.5.8 校验:

采样器必须按仪器的检定周期,定期对仪器作检定,以保证测试数据的可靠性。校验的项目有:定时器、转盘转速、流量计。

3.2.5.9 每次侧试前应按说明书卜的规定,先接通电源,启动真空抽气泵,然后调节流量计及定时器。

3.2.5.10 空气采样量根据需要选定。已知采样器的流量(L/min),设定采样时间(min),两者相乘即采样量(L)。

#### 3.2.5.11 注意事项:

3.2.5.11.1 采样口必须用便于消毒及化学性能稳定的材料制造。

3.2.5.11.2 采样管严禁渗漏,内壁应光滑。

3.2.5.11.3 采样管的长度应根据测点的高度定,尽量减少弯曲。

#### 3.2.5.12 真空抽气泵:

3.2.5.12.1 真空抽气泵的排气量应与采样器匹配。

3.2.5.12.2 宜采用无油真空抽气泵,必要时可在排气U 安装气体过滤器。

3.2.5.12.3 真空抽气泵安装的位置必须适当,一般装在采样器下面。

#### 3.2.5.13 培养皿:

3.2.5.13.1 狭缝式采样器一般采用  $\Phi 150\text{mm} \times 15\text{mm}$ 、 $\Phi 90\text{mm} \times 15\text{mm}$ 、 $\Phi 65\text{mm} \times 15$  三种规格的硼硅酸玻璃培养皿。可根据所选用采样器选择合适的培养皿。

3.2.5.13.2 离心式采样器采用专门的固形培养条。

#### 3.2.5.14 培养基:

普通肉汤琼脂培养基或其他药典认可的培养基。其配制方法见 GB/T 16293-1996 医药工业洁净室(区)浮游菌的测试方法附录 A。

3.2.5.15 恒温培养箱:必须定期对培养箱的温度计进行检定。

#### 3.2.5.16 测试步骤:

3.2.5.16.1 测试前仪器、培养皿表面必须严格消毒。

3.2.5.13.2 采样器进入被测房间前先用消毒房间的消毒剂灭菌,用于 100 级洁净室的采样器宜一直放在被测房间内。

|                |              |
|----------------|--------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号         |
|                | 版本号:         |
|                | 共 15 页 第 9 页 |

3.2.5.13.3 用消毒剂擦净培养皿的外表面。

3.2.5.13.4 采样前,先用消毒剂消毒采样器的顶盖、转盘以及罩子的内外面,采样结束,再用消毒剂轻轻喷射罩子的内壁和转盘。

3.2.5.13.5 采样口及采样管,使用前必须高温灭菌。如用消毒剂对采样管的外壁及内壁进行消毒时,应将管中的残留液倒掉并晾干。

3.2.5.13.6 采样者应穿戴与被测洁净区域相应的工作服,在转盘上放入或调换培养皿前,双手用消毒剂消毒。

3.2.5.14 狭缝式采样器的采样程序:

3.2.5.14.1 仪器经消毒后先不放入培养皿,开动真空泵抽气,使仪器中的残余消毒剂蒸发,时间不少于5min并调好流量、转盘转速。

3.2.5.14.2 关闭真空泵,放入培养皿,盖 h: 盖子后调节采样器缝隙高度。

3.2.5.14.3 置采样口于采样点后,依次开启采样器、真空泵,转动定时器,根据采样量设定采样时间

3.2.5.15 培养:

3.2.5.15.1 全部采样结束后,将培养皿倒置于恒温培养箱中培养。

3.2.5.15.2 在 30℃~35℃ 培养箱中培养,时间不少于 48h。

3.2.5.15.3 每批培养基应有对照试验,检验培养基本身是否污染。可每批选定 3 只培养皿作对照培养。

3.2.5.16 菌落计数:

3.2.5.16.1 用肉眼直接计数、标记或在菌落计数器上点计,然后用 5~10 倍放大镜检查,有否遗漏。

3.2.5.16.2 若平板上有 2 个或 2 个以下的菌落重叠,可分辨时仍以 2 个或 2 个以下菌落计数。

3.2.5.17 注意事项:

3.2.5.17.1 使用前应仔细检查每个培养皿质量,培养基及培养皿有变质、破损或污染的不能使用。

3.2.5.17.2 采取一切措施防止采样管的污染和其他人为对样本的污染。

3.2.5.17.3 对培养基、培养条件及其他参数作详细的记录。

3.2.5.17.4 由于细菌种类繁多,差别甚大,计数时一般用透射光于培养皿背面或正面仔细观察,不要漏计培养皿边缘生长的菌落,并须注意细菌菌落或培养基沉淀物的区别,必要时用显微镜鉴别。

|                |               |
|----------------|---------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号          |
|                | 版本号:          |
|                | 共 15 页 第 10 页 |

### 3.2.6 记录:

测试报告中应记录房间温度、相对温度、压差及测试状态。

测试报告的编写见 GB/T 16293-1996 医药工业洁净室(区)浮游菌测试方法标准附录 C。

### 3.2.7 结果计算:

3.2.7.1 用计数方法得出各个培养皿的菌落数。

3.2.7.2 每个测点的浮游菌平均浓度的计算, 见式(1)。

$$\text{平均浓度 (个/m}^3\text{)} = \frac{\text{菌落数}}{\text{采样量}} \dots\dots\dots (1)$$

例 1: 某测点采样量为 400L. 菌落数为 I, 则:

$$\text{平均浓度} = 1/0.4 = 2.5 \text{ 个/m}^3$$

例 2: 某测点采样量为 2m<sup>3</sup> . 菌落数为 3, 则:

$$\text{平均浓度} = 3/2 = 1.5 \text{ 个/m}^3$$

### 3.2.8 结果评定

用浮游菌平均浓度判断洁净室(区)空气中的微生物。

3.2.8.1 每个测点的浮游菌平均浓度必须低于所选定的评定标准中关于细菌浓度的界限。

3.2.8.2 若某测点的浮游菌平均浓度超过评定标准, 则必须对此区域先行消毒, 然后重新采样两次, 两次测试结果必须合格。

## 3.3 沉降菌测试

### 3.3.1 测试状态

3.3.1.1 沉降菌测试前, 被测试洁净室(区)的温、湿度须达到规定的要求、静压差、换气次数、空气流速必须控制在规定值内。

3.3.1.2 沉降菌测试前, 被测试洁净室(区)已经过消毒。

3.3.1.3 测试状态有静态和动态两种, 测试状态的选择必须符合生产的要求, 并在报告中注明测试状态。

|                |               |
|----------------|---------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号          |
|                | 版本号:          |
|                | 共 15 页 第 11 页 |

### 3.3.2 测试人员:

3.3.2.1 测试人员必须穿戴符合环境洁净度级别的 T 作服。

3.3.2.2 静态测试时,室内测试人员不得多于 2 人。

### 3.3.3 测试时间:

3.3.3.1 对单向流,如 100 级净化房间及层流工作台,测试应在净化空调系统正常运行不少于 10min 后开始。

3.3.3.2 对非单向流,如 10000 级、100000 级以下的净化房间,测试应在净化空调系统正常运行不少于 30min 后开始。

### 3.3.4 沉降菌计数:

#### 3.3.4.1 采样点数量及其布置

##### 3.3.4.1.1 最少采样点数目

沉降法的最少采样点数可按表 5 确定。

表 5 最少采样点数目

| 面积 X (m <sup>2</sup> )                   | 洁净度级别 |       |        |        |
|------------------------------------------|-------|-------|--------|--------|
|                                          | 100   | 10000 | 100000 | 300000 |
| X<10                                     | 2~3   | 2     | 2      | 2      |
| 10≤x<20                                  | 4     | 2     | 2      | 2      |
| 20≤x<40                                  | 8     | 2     | 2      | 2      |
| 40≤x<100                                 | 16    | 4     | 2      | 2      |
| 100≤x<200                                | 40    | 10    | 3      | 3      |
| 200 ≤x<400                               | 80    | 20    | 6      | 6      |
| 400≤x<1000                               | 160   | 40    | 13     | 13     |
| 1000≤x<2000                              | 400   | 100   | 32     | 32     |
| 2000                                     | 800   | 200   | 63     | 63     |
| 注:表中的面积,对于单向流洁净室,指的是送风面积,对非单向流洁净室是指房间面积。 |       |       |        |        |

|                |               |
|----------------|---------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号          |
|                | 版本号:          |
|                | 共 15 页 第 12 页 |

在满足最少侧试点数的同时，还宜满足最少培养皿数，见表 6

表 6 最少培养皿数

| 洁净度级别  | 所需 Φ90mm 培养皿数(以沉降 0. 5h 计算) |
|--------|-----------------------------|
| 100    | 14                          |
| 10000  | 2                           |
| 100000 | 2                           |
| 300000 | 2                           |

3. 3. 4. 1. 2 采样点的位置:

采样点位置可以同悬浮粒子测试点。

- a) 工作区测点位置离地 0. 8m~1. 5m 左右(略高于工作面)。
- b) 可在关键设备或关键工作活动范围处增加测点。

采样点布置的规则见 GB/T 16294-1996 医药工业洁净室(区)沉降菌测试方法标准附录 B。

3. 3. 5 测试方法:

3. 3. 5. 1 所用的仪器和设备:

3. 3. 5. 2 高压消毒锅:

使用时应严格按照仪器说明书操作。

3. 3. 5. 3 恒温培养箱:

必须定期对培养箱的温度计进行检定。

3. 3. 5. 4 培养皿:

一般采用 Φ90mmX 15mm 的硼硅酸玻璃培养皿。

3. 3. 5. 5 培养基:

普通肉汤琼脂培养基或其他药典认可的培养基。其配制方法见附录 A(标准的附录)。

3. 3. 6 测试步骤:

3. 3. 6. 1 采样方法:

将已制备好的培养皿按 3. 3. 4. 1. 2 的要求放置，打开培养皿盖，使培养基表面暴露 0. 5h，再将培养皿盖盖上后倒置。

|                |               |
|----------------|---------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号          |
|                | 版本号:          |
|                | 共 15 页 第 13 页 |

### 3.3.6.2 培养:

3.3.6.1 全部采样结束后, 将培养皿倒置于恒温培养箱中培养。

3.3.6.2 在 30℃~5℃培养箱中培养, 时间不少于 48h。

3.3.6.3 每批培养基应有对照试验, 检验培养基本身是否污染。每批可选定 3 只作对照培养。

### 3.3.7 菌落计数:

3.3.7.1 用肉眼直接计数, 标记或在菌落计数器上点计, 然后用 5~10 倍放大镜检查, 有否遗漏。

3.3.7.2 若培养皿上有 2 个或 2 个以上的菌落重叠, 可分辨时仍以 2 个或 2 个以上菌落计数。

### 3.3.8 注意事项:

3.3.8.1 测试用具要作灭菌处理, 以确保测试的可靠性、正确性。

3.3.8.2 采取一切措施防止人为对样本的污染。

3.3.8.3 对培养基、培养条件及其他参数作详细的记录。

3.3.8.4 由于细菌种类繁多, 差别甚大, 计数时一般用透射光于培养皿背面或正面仔细观察, 不要漏计培养皿边缘生长的菌落, 并须注意细菌菌落与培养基沉淀物的区别, 必要时用显微镜鉴别。

3.3.8.5 采样前应仔细检查每个培养皿的质量, 如发现变质、破损或污染的应剔除。

### 3.3.9 记录:

测试报告中应记录房间温度、相对温度、压差及测试状态。

测试报告的编写见 GB/T 16294-1996 医药工业洁净室(区)沉降菌的测试方法标准附录 C。

### 3.3.10 结果计算:

3.3.10.1 用计数方法得出各个培养皿的菌落数。

3.3.10.2 平均菌落数的计算, 见式(1)

$$\text{平均菌落数 } M = \frac{M_1 + M_2 + \cdots + M_n}{n} \quad \cdots \cdots (1)$$

式中: M—平均菌落数;

$M_1$ — 1 号培养皿菌落数;

$M_2$ — 2 号培养皿菌落数;

$M_n$ — n 号培养皿菌落数。

n — 培养皿总数。

|                |               |
|----------------|---------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号          |
|                | 版本号:          |
|                | 共 15 页 第 14 页 |

### 3.3.11 结果评定:

用平均菌落数判断洁净室(区)空气中的微生物。

#### 3.3.11.1 洁净室(区)内的平均菌落数必须低于所选定的评定标准。

3.3.11.2 若某洁净室(区)内的平均菌落数超过评定标准,则必须对此区域先行消毒,然后重新采样两次,两次测试结果必须合格。

### 3.4 压差测试:

#### 3.4.1 测试状态:

压差测试前,被测试洁净室必须处在正常的上作状态下。

#### 3.4.2 测试方法:

##### 3.4.2.1 所用的仪器和设备:

- a. 手持式数显微差压计;
- b. 必须定期对微差压计进行检定;
- c. 使用时应严格按照仪器说明书操作;
- d. 检测数据显示稳定后直接读取并记录。

### 3.5 温度、湿度测试:

#### 3.5.1 测试状态:

温度、湿度测试前,被测试洁净室必须处在正常的工作状态下。

#### 3.5.2 测试方法:

##### 3.5.2.1 所用的仪器和设备:

- a. 手持式数显温度、湿度计;
- b. 必须定期对温度、湿度计进行检定;
- c. 使用时应严格按照仪器说明书操作;
- d. 检测数据显示稳定后直接读取并记录。

### 3.6 风量(换气次数)的测试:

#### 3.6.1 测试条件:

|                |               |
|----------------|---------------|
| 洁净室(区)环境检测操作规程 | 文件编号          |
|                | 版本号:          |
|                | 共 15 页 第 15 页 |

a. 温度和湿度

洁净室(区)的温度和相对湿度应与生产及工艺要求相适应(温度 180℃～28℃，相对湿度 45%～60% )

b. 压差

空气洁净度不同的洁净室(区)之间的压差应≥4. 9Pa 空气洁净度级别要求高的洁净室(区)对相邻的空气洁净度级别低的洁净室(区)一般要求呈相对正压。

3. 6. 2 测试时间:

测试应在净化空气调节系统正常运行时间不少于 30min 后开始。

3. 6. 3 采样位置:

应根据送风口面积的大小，选择合适的风量罩，根据使用说明书的规定进行。

3. 6. 4 测试方法:

3. 6. 4. 1 方法提要:

测试采用电子风量仪直接测量:

- a. 仪器开机，根据测试要求按说明书的规定对仪器进行校准，进行顶设定。
- b. 风量罩要与送风口紧密接触，待显示屏上的显示数据稳定后，直接读取数据。

3. 6. 5 测试中注意事项:

- a. 在确认洁净室(区)送风量和压差达到要求后，方可进行测试。
- b. 测试人员应对每个送风日进行测试。

3. 6. 6 结果计算:

3. 6. 6. 1 采样点的平均粒子浓度

$$M = C_1 + C_2 + \cdots + C_{2n} \geq m^2 \times H \times n$$

式中:M—某一洁净室(区)平面乘换气次数后的总容积;

n —某一洁净室(区)某等级洁净度的单位时间换气次数(次/h );

C<sub>i</sub>—某一洁净室(区)送风口的风量(i=1. 2, 3, ... N) m<sup>3</sup>/h;

H—某一洁净室(区)的空间高度;

m<sup>2</sup> 某一洁净室(区)的平面面积。

气相色谱  
运行检查操作规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|              |             |
|--------------|-------------|
| 气相色谱运行检查操作规程 | 文件编号        |
|              | 版本号:        |
|              | 共 3 页 第 1 页 |

#### 1. 目的:

为了确保气相色谱检测的准确性以得到准确的实验数据。

#### 2. 适用范围:

本规定适用于本气相色谱的运行检查。

#### 3. 职责:

3.1 指定实施运行检查人员, 并审核运行检查的结果。

3.1 检查人员按照本规程操作, 并记录。

#### 4. 试验前环境以及仪器状态检查:

##### 4.1 环境要求:

4.1.1 实验室温度  $20^{\circ}\text{C} \sim 27^{\circ}\text{C}$ ;

4.1.2 实验室相对湿度  $< 80\%$  。

##### 4.2 气体:

4.2.1 检测环氧乙烷所使用 FID 检测器需配备三种高纯气体:高纯氮气、高纯氢气、干燥空气, 纯度  $> 99.999\%$ ;

4.2.2 配备气体自动进样阀时, 需再配动力气(干燥压缩空气或氮气)。

4.3 氢火焰检测器(FID ):灵敏度不小于  $2 \times 10^{-11} \text{ g/s}$ [苯, 二硫化碳 ( $\text{CS}_2$ )]。

4.4 色谱柱:所使用色谱柱应能使试样中杂质和环氧乙烷完全分开, 并有一定的耐水性。

##### 4.5 温度:

4.5.1 气化室: $200^{\circ}\text{C}$ ;

4.5.2 检测室: $250^{\circ}\text{C}$ 。

##### 4.6 气流量:

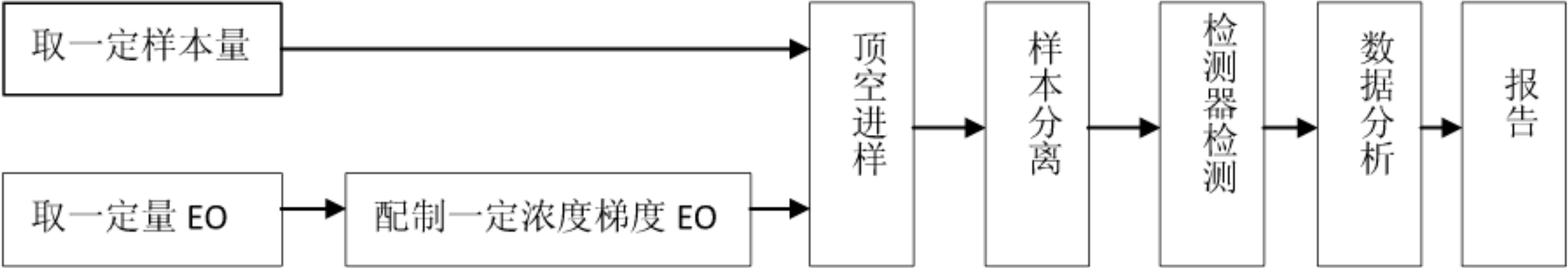
4.6.1  $\text{N}_2$ :  $15\text{--}30\text{mL/min}$ ;

4.6.2  $\text{H}_2$ :  $30\text{mL/min}$ ;

4.6.3 压缩空气: $300\text{mL/min}$ 。

|              |             |
|--------------|-------------|
| 气相色谱运行检查操作规程 | 文件编号        |
|              | 版本号:        |
|              | 共 3 页 第 2 页 |

5. 样本检测基本过程:



6. 各步操作规程:

6.1 环氧乙烷标准曲线的制备:

6.1.1 环氧乙烷标准贮备液的配制:

取外部干燥的 50mL 带瓶塞的容量瓶，内有约 30mL 水，加入约 0.6mL 环氧乙烷，并精确称取加入环氧乙烷的重量，最后定容。

6.1.2 环氧乙烷标准液的配制:

将环氧乙烷标准贮备液配制  $1 \times 10^{-3}$  g/L 至  $1 \times 10^{-2}$  g/L, 六个系列浓度的标准溶液，用 20mL 取样瓶精确量取 10mL 各个梯度的环氧乙烷标准溶液，最后用封瓶器封口。

6.2 样本取样:

精确称取一定量的样本(约 2.0g )，截成 5mm 长碎片，放入 20mL 取样瓶，并精确量取 10mL 水，最后用封瓶器封口。

6.3 自动顶空进样器

6.3.1 自动项空进样器条件:

- a) 炉温:60℃;
- b) 阀和进样环温度:70℃;
- c) 传送管温度:75℃;
- d) 样本平衡时间:10min;
- e) 小瓶加压时间:0.50min:
- f) 进样环充样时间:0.15min:
- g) 进样环平衡时间:0.05min;
- h) 进样时间:5.30min:
- i) 小瓶压力:7.5pis.

|              |             |
|--------------|-------------|
| 气相色谱运行检查操作规程 | 文件编号        |
|              | 版本号:        |
|              | 共 3 页 第 3 页 |

- 6.3.2 将取好样的各个瓶子(6 个 E0 标准以及样本)按 序放入自动进样器，记录编号。
- 6.4 机：
- 6.4.1 机条件(气相色谱仪 0)：
- a)进样口:分流/不分流，105℃，分流 =50:1；
  - b)色谱柱： 细管柱；
  - c)检测器：氢火焰离子化检测器(FID )；
  - d)柱温:50℃；
  - e) 气:氮气，7.0pis；
  - f) 气:氢气。
- 6.4.2 样本顶空进样后，经过进样口， 细管柱分离，FID 检测器检测，最后数据进入工作站进行分析处理。
- 6.5 工作站：
- 6.5.1 经过 FID 检测器检测 6 个 E0 标准以及样本 有自 关于 E0 的一个 ，按照 6 个 E0 标准以  
的浓度为 标和相对应的 面积为 标，制得一个关于环氧乙烷的标准曲线(如示意  
 )。
- 6.5.2 在标准曲线上可 到样本的 面积所对应的环氧乙烷的浓度。

附件

气相色谱运行检查记录

文件编号：

序号：

共 1 页第 1 页

1 标准物质：

环氧乙烷标准品：

产地：XXXX

厂家：XXXX

批号：XXXX

2 方法：按照本规程。

3 结果记录：

| 编号 | 标准浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ） | 实测浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ） |
|----|--------------------------|--------------------------|
| 1  |                          |                          |
| 2  |                          |                          |
| 3  |                          |                          |
| 4  |                          |                          |
| 5  |                          |                          |

4 结论：

核准人：

测试人：

|       |             |    |
|-------|-------------|----|
| 第四章   | 生物学实验操作规程范例 | 44 |
| 范例 1、 | 无菌试验操作规程    | 45 |
| 范例 2、 | 细菌内毒素试验操作规程 | 51 |

# 无菌试验操作规程

|      |   |       |
|------|---|-------|
| 编    | 号 | _____ |
| 版    | 本 | 号     |
| 生效日期 |   | _____ |
| 起    | 草 | _____ |
| 审    | 核 | _____ |
| 批    | 准 | _____ |

XXXX 公司

|          |             |
|----------|-------------|
| 无菌试验操作规程 | 文件编号        |
|          | 版本号:        |
|          | 共 5 页 第 1 页 |

一 范围:

适用于本规程规定的医疗器械的无菌试验方法。无菌检查法系用于检查要求无菌的医疗器械、原料、辅料及其他品种是否无菌的一种方法。若供试品符合无菌检查法的规定，仅表明了供试品在该检验条件下未发现微生物污染。

本试验系将医疗器械或其浸提液接种于培养基内，以检验供试品是否有细菌和真菌污染。

二 产品检验依据:

GB/T 14233.2-20XX 医用输液、输血、注射器具检验方法。第 2 部分:生物学试验方法。

《中华人民共和国药典》2010 年版二部

菌片标准按生物菌片供应商提供的方法进行

三 器具及试剂:

3.1 器材:

- a) 试管
- b) 酒精灯
- c) 75%乙醇棉
- d) 灭菌刻度吸管(1mL)
- e) 灭菌平皿(9cm)
- f) 勺锥形瓶
- g) 三角烧瓶
- h) 灭菌剪刀、镊子
- i) 恒温培养箱
- j) 生化培养箱
- k) 高压蒸汽灭菌器
- l) 电热干燥箱

3.2 培养基及试剂:

- a) 流体硫乙醇酸盐培养基
- b) 改良马丁培养基
- c) 营养琼脂培养基

3.3 稀释液、冲洗液及其制备方法:

|          |             |
|----------|-------------|
| 无菌试验操作规程 | 文件编号        |
|          | 版本号:        |
|          | 共 5 页 第 2 页 |

- 1、质量浓度为 9g/L 的无菌氯化钠溶液;
- 2、 0.1%蛋白胨水溶液:取蛋白胨 1.0g, 加水 1000mL, 微温溶解, 滤清, 调节 pH 值至 7.1 ± 0.2, 分装、灭菌。
- 3、pH7.0 氯化钠—蛋白胨缓冲液:取磷酸二氢钾 3.56g、磷酸氢二钠 7.23g, 氯化钠 4.30g、蛋白胨 1.0g, 加水 1000mL, 微温溶解、滤清、分装、灭菌。

#### 4.1 实验前准备:

##### 4.1.1 培养基要求:

用于培养需(厌)气菌和真菌的培养基的制备、培养基灵敏度检查及其他各项要求应符合《中国药典(二部)》附录中《无菌检查法》的规定。

培养基可按药典的处方制备, 也可使用按该处方生产的符合规定的脱水培养基。制备后应采用验证合格的灭菌程序灭菌。制备好的培养基应保存在 2~25℃、避光的环境。培养基若保存于非密闭容器中, 一般在三周内使用;若保存于密闭容器中, 一般可在一年内使用。

4.1.2 器具灭菌:与供试液接触的所有器具应采用可靠方法灭菌, 置压力蒸气灭菌器内 121℃ 30min, 或置电热干燥箱内 160℃ 2h。

4.1.3 无菌室要求:无菌室操作台或超净工作台局部应符合洁净度 100 级单向流空气区域要求。无菌室在消毒处理完毕后, 应检查空气中的菌落数, 方法如下:取直径约 90mm 培养皿, 无菌操作注入融化的营养琼脂培养基约 20mL, 在 30℃~35℃培养 48h 证明无菌后, 取 3 只培养皿在无菌室操作台或超净工作台平均位置打开上盖, 暴露 30min 后盖好, 置 30℃~35℃培养 48h 后取出检查, 3 只双碟上生长的菌落数平均不得超过 1 个。

无菌试验过程中应检查空气中的菌落数, 方法同上。在试验开始进行时打开平皿盖, 至试验结束盖好照上法培养, 应符合上述要求。

4.1.4 阳性对照:应根据供试品特性选择阳性对照菌:无抑菌作用及抗革兰阳性菌为主的供试品, 以金黄色葡萄球菌为对照菌;抗革兰阴性菌为主的供试品以大肠埃希氏菌为对照菌;抗厌氧菌的供试品, 以生孢梭菌为对照菌;抗真菌的供试品, 以白色念珠菌为对照菌。阳性对照试验的菌液制备同培养基灵敏度检查(大肠埃希氏的菌液制备同培养基的灵敏度检查中的金黄色葡萄球菌)加菌量小于 100cfu, 供试品用量同供试品无菌检查每份培养基接种的样品量。阳性对照管培养 48~72 小时应生长良好。

|          |             |
|----------|-------------|
| 无菌试验操作规程 | 文件编号        |
|          | 版本号:        |
|          | 共 5 页 第 3 页 |

## 5 、检验步骤2

5.1 供试品数址:同一批号至少 3 个~11 个单位供出品。

### 检验样品(液体制剂)的最少检验量

| 供试品装量 V (mL)             | 每支样品接入每管培养基的最少样品量 | 最少检验数量(瓶或支) |
|--------------------------|-------------------|-------------|
| $\leq 1$                 | 全量                | 20          |
| $1 < V < 5$              | 半量                | 10          |
| $5 \leq V < 20$          | 2ml               | 10          |
| $20 \leq V < 50$         | 5ml               | 10          |
| $50 \leq V < 100$        | 10ml              | 10          |
| $50 \leq V < 100$ (静脉给药) | 半量                | 10          |
| $100 \leq V < 500$       | 半量                | 6           |
| $V \geq 500$             | 500ml             | 6           |

### 检验样品(固体制剂)的最少检验量

| 供试品装量 M/支、瓶或个                    | 每支样品接入每管培养基的最少样品量                        | 最少检验数量(瓶或支) |
|----------------------------------|------------------------------------------|-------------|
| $M \leq 50\text{mg}$             | 全量                                       | 20          |
| $50\text{mg} < M < 300\text{mg}$ | 半量                                       | 10          |
| $300\text{mg} < M < 5\text{g}$   | 150mg                                    | 10          |
| $M \geq 5\text{g}$               | 500mg                                    | 10          |
| 外科用敷料棉花及纱布                       | 取 100mg 或 $1\text{cm} \times 3\text{cm}$ | 10          |
| 缝合线、一次性医用材料                      | 整个材料                                     | 20          |
| 带导管的一次性医疗器具<br>(如输液袋)            |                                          | 10          |
| 其他医疗器具                           | 整个器具(切碎或拆散开)                             | 20          |
|                                  |                                          |             |

|          |             |
|----------|-------------|
| 无菌试验操作规程 | 文件编号        |
|          | 版本号:        |
|          | 共 5 页 第 4 页 |

- 注：1、每种培养基各接种10 支供试品。
- 2、桶装固体原料的最少检验数量为4 个包装。
- 3、如果医周器械体积过大，培养基用量可在2000mL 以上，将其完全浸没。

5.2 供试被制备及接种：

5.2.1 制备及接种优先采用将供试品或其有代表性的各部分直接投放入培养基内培养。如供试品不适宜直接投放，可按下列方法制备供试液，应使介质充分洗提供试品的浸提表面。供试液制备应按无菌操作法进行，在制备后2h 内使用。

根据供试品具体特性选择下列适用方法：

- a) 管类器具:按管内表面积每 10cm<sup>2</sup> 流过管内腔 1mL 浸提介质，流量约为 10mL/min；
- b) 容器类器具:容器内已装有液体的或直接抽取容器内液体为供试液;空容器按容器内表面积每 10cm<sup>2</sup> 加入浸提介质 1mL，振摇数次。
- c) 实体类器具:实体类器具按表面积每 10cm<sup>2</sup> 加入加入浸提介质 1mL，振摇数次。
- d) 如供试品具有抑菌作用或含防腐剂，须用适量的冲洗液冲洗滤膜，冲洗次数不得少于三次。

5.2.2.1 直接接种法即每支供试品按规定量分别接种到各含硫乙醇酸盐流体培养基和改良马丁培养基的容器中。除另有规定外，每个容器中培养基的用量应符合接种的供试品体积不得大于培养基体积的 10% ， 同时 ， 硫乙醇酸盐流体培养基每管装量不少于 15mL ， 改良马丁培养基每管装量不少于 10mL。培养基的用量和高度同方法验证试验:每种培养基接种的管数同供试品的检验数量。

5.2.2.2 薄膜过滤法优先采用封闭式薄膜过滤器，也可使用一般薄膜过滤器，无菌检查用的滤膜孔径应不大于 0.45 μ m，直径约为 50mm。

5.2.3 培养及观察：

上述含培养基的容器按规定的温度培养 14 天。培养期间应逐日观察并记录是否有菌生长。如再加入供试品后、或在培养过程中培养基出现浑浊，培养 14 天后，不能从外观卜判断有无微生物生长，可取该培养液适量转种至同种新鲜培养基中或划线接种于斜面培养基上，细菌培养 2 天，真菌培养 3 天，观察接种的同种新鲜培养基是否再出现浑浊或斜面是否有菌生长;或取培养液涂片，染色，镜检，判断是否有菌。

5.3 结果判断:若供试品管均澄清，或虽显浑浊但经确证无菌生长，判供试品符合规定;若供试品管中任何一管显浑浊并确证有菌生长，判供试品不符合规定，除非能充分证明试验结果无效，即生长

|          |             |
|----------|-------------|
| 无菌试验操作规程 | 文件编号        |
|          | 版本号:        |
|          | 共 5 页 第 5 页 |

的微生物非供试品所含。当符合下列至少一个条件时，方可判试验结果无效：

- 1) 无菌检查试验所用的设备及环境的微生物监控结果不符合无菌检查法的要求；
- 2) 回顾无菌试验过程，发现有可能引起微生物污染的因素；
- 3) 阴性对照管有菌生长；
- 4) 供试品管中生长的微生物经鉴定后，确证是因无菌试验中所使用的物品和(或)无菌操作技术不当引起的。

试验若经确认无效，应重试。重试时，重新取同量供试品，依法重试，若无菌生长，判供试品符合规定；若有菌生长，判供试品不符合规定。

细菌内毒素试验  
操作规程

|   |   |       |
|---|---|-------|
| 编 | 号 | _____ |
| 版 | 本 | 号     |
| 生 | 效 | 日期    |
| 起 | 草 | _____ |
| 审 | 核 | _____ |
| 批 | 准 | _____ |

XXXX 公司

|             |             |
|-------------|-------------|
| 细菌内毒素试验操作规程 | 文件编号        |
|             | 版本号:        |
|             | 共 3 页 第 1 页 |

#### 一 范围:

本试验为《中国药典(二部)》附录“细菌内毒素检查法”中规定的“凝胶法”，系利用鲎试剂与细菌内毒素产生凝集反应的机理，经判定供试品中细菌内毒素的限量是否符合规定。

如经检验证实供试品对内毒素试验有不能排除的干扰作用则不适宜采用本试验。

#### 二 依据:

GB/T 14233.2-2005 医用输液、输血、注射器具检验方法。第二部分:生物学试验方法。

《中华人民共和国药典》2010 年版二部

#### 三 器具及试剂:

##### 3.1 器材:

- a) 锥形瓶
- b) 三角烧瓶
- c) 无热原剪刀、镊子
- d) 恒温培养箱
- e) 超净工作台
- f) 恒温水浴箱
- g) 电热干燥箱
- h) 旋涡混合器
- i) 移液器

##### 3.2 试剂:

- a) 细菌内毒素国家标准品
- b) 细菌内毒素工作标准品
- c) 鲎试剂
- d) 细菌内毒素检查用水

|             |             |
|-------------|-------------|
| 细菌内毒素试验操作规程 | 文件编号        |
|             | 版本号:        |
|             | 共 3 页 第 2 页 |

4.1 实验前准备:

4.1.1 器具处理:

试验所用器皿需经处理除去可能存在的外源性内毒素。玻璃器皿置电热干燥箱内 180℃干烤至少 2h，或 250℃干烤至少 30min。塑料器皿置 30%双氧水中浸泡 4h，再用细菌内毒素检查用水充分冲洗后置 60℃烘干备用。

4.1.2 鲎试剂灵敏度复核试验:

当使用新批号的鲎试剂或试验条件发生了任何可能影响检验结果的改变时，应进行鲎试剂灵敏度试验。试验步骤按《中国药典(二部)》附录“细菌内毒素检查法”中规定进行。

4.1.3 供试剂干扰试验:

4.1.3.1 对未知或可疑的供试品初次进行细菌内毒素试验之前应先进行干扰试验，以检验供试品对细菌内毒素试验是否有抑制或增强作用，以及其他影响细菌内毒素试验准确性和敏感性的干扰作用。

当鲎试剂、供试品来源、供试品配方或生产工艺有变化或其他任何影响细菌内毒素试验结果的试验条件改变时，应重新进行干扰试验。

4.1.3.2 每种医疗器械产品应取 3 批并分别使用不少于两个制造商生产的鲎试剂进行干扰试验。供试液制备按《中国药典(二部)》，附录“细菌内毒素检查法”规定进行。

4.1.3.3 供试品如对细菌内毒素试验有干扰作用，可选用下列适宜方法排除干扰:

- a) 使用更灵敏的鲎试剂对供试液进行更大倍数稀释;
- b) 采用无热原氨基甲烷缓冲液稀释供试液;
- c) 采用无热原氢氧化钠或盐酸溶液调节供试液 pH 值在 6.0~8.0 范围内;
- d) 采用阳离子缓冲液(MgSO<sub>4</sub>或 MgCl<sub>2</sub>) 稀释供试液以调节离子浓度。

5、检验步骤:

5.1 供试品数量:同一批号至少 3 个单位供试品。

5.2 浸提介质:细菌内毒素检查用水

5.3 供试液制备:

根据产品标准规定的细菌内毒素限值确定浸提介质体积，选用下列适宜方法制备供试液:

- 1) 管类和容器类器具用细菌内毒素检查用水浸泡器具内腔，在(37±1)℃恒温箱中浸提不少于 1h:

|             |             |
|-------------|-------------|
| 细菌内毒素试验操作规程 | 文件编号        |
|             | 版本号:        |
|             | 共 3 页 第 3 页 |

2) 小型配件或实体类器具置无热原玻璃器皿内，加入细菌内毒素检查用水振摇数次，在(37 ± 1) °C恒温箱中浸提不少于 1h。

5.4 试验步骤和结果判定：

按下表制备溶液 A, B, C 和 D。使用稀释倍数为 MVD 并且已排除干扰的供试品溶液来制备溶液 A 和 B。按试剂灵敏度复核试验项下操作。

表 1 凝胶限量试验溶液的制备

| 编号 | 内毒素浓度/配制内毒素的溶液 | 平行管数 |
|----|----------------|------|
| A  | 无/供试品溶液        | 2    |
| B  | 2 λ /供试品溶液     | 2    |
| C  | 2 λ /检查用水      | 2    |
| D  | 无检查用水          | 2    |

结果判断:保温 60 分钟± 2 分钟后观察结果。若阴性对照溶液 D 的平行管均为阳性，供试品阳性对照溶液 B 的平行管均为阳性，阳性对照溶液 C 的平行管均为阳性，

若溶液 A 的两个平行管均为阴性，判供试品符合规定；若溶液 A 的两个平行管均为阳性，判供试品不符合规定。若溶液 A 的平行 2 管中的一管为阳性，另一管为阴性，需进行复试。

复试时，溶液 A 需做 4 支平行管，若所有平行管均为阴性，判供试品符合规定；否则判供试品不符合规定。

|                               |     |
|-------------------------------|-----|
| 第五章 化学实验操作规程范例 .....          | 55  |
| 范例 1、铵离子测定操作规程 .....          | 56  |
| 范例 2、炽灼残渣分析方法操作规程 .....       | 59  |
| 范例 3、化学试剂标准滴定溶液的制备规程 .....    | 61  |
| 范例 4、还原物质(间接法)检验操作规程 .....    | 85  |
| 范例 5、环氧乙烷残留量(GC 法)操作规程 .....  | 89  |
| 范例 6、环氧乙烷残留量(比色法)检验操作规程 ..... | 95  |
| 范例 7、氯化物测定操作规程 .....          | 100 |
| 范例 8、酸碱度(滴定法)试验操作规程 .....     | 103 |
| 范例 9、酸碱度(酸度计法)检测操作规程 .....    | 105 |
| 范例 10、蒸发残渣检测操作规程 .....        | 111 |
| 范例 11、重金属含量检测操作规程 .....       | 114 |

铵离子测定  
操作规程

|   |   |       |
|---|---|-------|
| 编 | 号 | _____ |
| 版 | 本 | 号     |
| 生 | 效 | 日期    |
| 起 | 草 | _____ |
| 审 | 核 | _____ |
| 批 | 准 | _____ |

XXXX 公司

|           |             |
|-----------|-------------|
| 铵离子测定操作规程 | 文件编号        |
|           | 版本号:        |
|           | 共 2 页 第 1 页 |

#### 1. 目的:

为了检测样本本身或者由样本制备的供试液中所含铵离子的多少而制定本铵离子测定操作规程, 确保实验数据的准确、可靠。

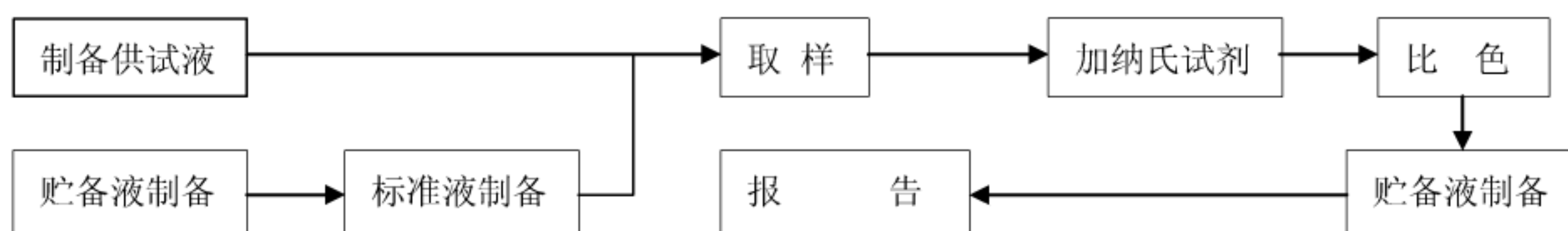
#### 2. 适用范围:

适用于铵离子比色测定的实验操作。

#### 3. 本试验方法原理:

铵离子在碱性条件下与纳氏试剂反应生成黄色物质, 通过与标准对照液比色, 知其含量的多少。

#### 4. 样本检测基本过程:



#### 5. 试剂配置:

- 1)  $c(\text{NaOH}) = 3\text{mol/L}$  的氢氧化钠溶液: 称取 12.0g 氢氧化钠, 用水溶解并稀释至 100mL。
- 2) 纳氏试剂(碱性碘化钾试液): 取碘化钾 10g, 加水 10mL 溶解后, 缓缓加入二氯化汞的饱和水溶液, 随加随搅拌, 至生成的红色沉淀不再溶解, 加氢氧化钾 30g 溶解后, 再加二氯化汞的饱和水溶液 1mL 或 1mL 以上, 并用适量水稀释使成 200mL, 静置使沉淀, 即得, 用时倾其上清液使用。
- 3) 氯化钠标准储备液: 精确称取 0.300g 氯化铵, 用水溶解并稀释至 1000mL, 即得含  $\text{NH}_4^+$  1.0g/L 的氯化铵标准储备液。
- 4) 氯化钠标准液: 临用前, 精确量取氯化钠标准储备液稀释至所需浓度。

#### 6. 检测过程:

- 1) 供试液的制备: 按照样品企业标准或产品相关标准进行制备供试液。

|           |             |
|-----------|-------------|
| 铵离子测定操作规程 | 文件编号        |
|           | 版本号:        |
|           | 共 2 页 第 2 页 |

2)取供试液 10mL 置于一比色管中;

3)另取 1 0mL 氯化钱标准液置于另一比色管中;

4)于上述两管中加入加入 1mL 纳氏试剂;

5)混合均匀, 5min 后, 比较上述两支比色管中溶液颜色的深浅。

#### 7. 判定结果:

根据测量结果按照产品标准或其相关产品标准进行判定并报告。

## 炽灼残渣分析方法 操作规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|              |             |
|--------------|-------------|
| 灼灼残渣分析方法操作规程 | 文件编号        |
|              | 版本号:        |
|              | 共 1 页 第 1 页 |

1、适用范围:

适用于灼灼残渣的实验操作。

2、样本检测基本过程:



3、检测程序:

取样品 2~5g 切成 5×5mm，置于已灼烧恒重的坩埚重，精确到 0.1mg。

2) 在通风橱重缓缓灼烧至完全炭化，放冷。

3) 加 0.5~1 mL 硫酸使其湿化，低温加热至硫酸蒸气除尽。

4) 在 500~600℃ 灼烧至完全炭化。

5) 置于干燥器内放置室温，称重。

6) 再在 500~600℃ 灼烧至恒重。

4、结果计算:

计算灼灼残渣公式:  $A = [ (W_2 - W_0) / (W_1 - W_0) ] \times 100$

A—灼灼残渣，%；

W<sub>0</sub>—样品加入前坩埚的质量，g；

W<sub>1</sub>—样品加入后坩埚的质量，g；

W<sub>2</sub>—样品灼烧后坩埚的质量，g；

5、结果:

根据测量结果按照相关产品标准进行判定并报告。

## 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|                  |              |
|------------------|--------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号         |
|                  | 版本号:         |
|                  | 共 23 页 第 1 页 |

## 1、范围:

本规程规定了化学试剂标准滴定溶液的配制和标定方法。

本规程适用于制备准确浓度的标准滴定溶液，以供滴定法测定化学试剂的纯度及杂质含量。

## 2、检验依据:

GB/T601-2002 化学试剂标准滴定溶液的制备

## 3、引用标准:

GB/T603-2002 化学试剂试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T606-2003 化学试剂水分测定通用方法(卡尔·费休法)

GB/T6682-2008 分析实验室用水规格和试样方法

GB/T9725-2007 化学试剂电位滴定法通则

## 4、标准滴定溶液的配制与标定:

### 4.1 氢氧化钠标准滴定溶液:

#### 4.1.1 配制:

称取 110g 氢氧化钠，溶于 100mL 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。按表 1 的规定，用塑料管量取上层清液，用无二氧化碳的水稀释至 1000mL，摇匀。

表 1

| 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{NaOH})]/(\text{mol/L})$ | 氢氧化钠溶液的体积 $V/\text{mL}$ |
|-------------------------------------------------|-------------------------|
| 1                                               | 54                      |
| 0.5                                             | 27                      |
| 0.1                                             | 5.4                     |

#### 4.1.2 标定:

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

|                  |              |
|------------------|--------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号         |
|                  | 版本号:         |
|                  | 共 23 页 第 2 页 |

表 2

| 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度 [C<br>(NaOH)] / (mol/L) | 工作基准试剂邻苯二甲<br>酸氢钾的质量 m/g | 无二氧化碳水的体积 V/mL |
|---------------------------------------|--------------------------|----------------|
| 1                                     | 7.5                      | 80             |
| 0.5                                   | 3.6                      | 80             |
| 0.1                                   | 0.75                     | 50             |

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度 [c (NaOH)], 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按式 (1) 计算

$$c(\text{NaOH}) = m \times 1000 / (V_1 - V_2) / M \dots \dots \dots (1)$$

式中:

m—邻苯二甲酸氢钾的质量的准确数值, 单位为克 (g);

V<sub>1</sub>—氢氧化钠溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V<sub>2</sub>—空白试验氢氧化钠溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

M—邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) [M (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) = 204.22]。

#### 4.2 盐酸标准滴定溶液:

##### 4.2.1 配制:

按表 3 的规定量取盐酸, 注入 1000 mL 水中, 摇匀。

表 3

| 盐酸标准滴定溶液的浓度 [c (HCl)] / (mol/L) | 盐酸的体积 V/mL |
|---------------------------------|------------|
| 1                               | 90         |
| 0.5                             | 45         |
| 0.1                             | 9          |

##### 4.2.2 标定:

按表 4 的规定称取于 270℃ ~ 300℃ 高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂无水碳酸钠, 溶于 50mL 水中, 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 2min, 冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

|                  |              |
|------------------|--------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号         |
|                  | 版本号:         |
|                  | 共 23 页 第 3 页 |

表 4

| 盐酸标准滴定溶液的浓度 [c (HCl)] / (mol/L) | 盐酸的体积 V/mL |
|---------------------------------|------------|
| 1                               | 1.9        |
| 0.5                             | 0.95       |
| 0.1                             | 0.2        |

盐酸标准滴定溶液的浓度 [c (HCl)]，数值以摩尔每升 (mol/L) 表示，按式 (2) 计算：

$$c(\text{HCl}) = m \times 1000 / (V_1 - V_2) / M \dots\dots\dots (2)$$

式中：m—无水碳酸钠的质量的准确数值，单位为克 (g)；

$V_1$ —盐酸溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_2$ —空白试验盐酸溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

M—无水碳酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) [ $M(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3) = 52.994$ ]。

#### 4.3 硫酸标准滴定溶液：

##### 4.3.1 配制：

按表 5 的规定量取硫酸，缓缓注入 1000 mL 水中，冷却，摇匀

表 5

| 硫酸标准滴定溶液的浓度 [c (1/2H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )] / (mol/L) | 硫酸的体积 V /mL |
|----------------------------------------------------------------|-------------|
| 1                                                              | 30          |
| 0.5                                                            | 15          |
| 0.1                                                            | 3           |

##### 4.3.2 标定：

按表 6 的规定称取于 270℃～300℃高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂无水碳酸钠，溶于 50 mL 水中，加 10 滴溴甲酚绿-甲基红指示液，用配制好的硫酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸 2min，冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

|                  |              |
|------------------|--------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号         |
|                  | 版本号:         |
|                  | 共 23 页 第 4 页 |

表 6

| 硫酸标准滴定溶液的浓度 [ $c(1/2H_2SO_4)$ ] / (mol/L) | 工作基准试剂无水碳酸钠的质量 m/g |
|-------------------------------------------|--------------------|
| 1                                         | 1.9                |
| 0.5                                       | 0.95               |
| 0.1                                       | 0.2                |

硫酸标准滴定溶液的浓度 [  $c(1/2H_2SO_4)$  ], 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按式 (3) 计算:

$$c(1/2H_2SO_4) = m \times 1000 / (V_1 - V_2) \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m—无水碳酸钠的质量的准确数值, 单位为克 (g);

$V_1$ —硫酸溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

$V_2$ —空白试验硫酸溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

M—无水碳酸钠的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) [  $M(1/2Na_2CO_3) = 52.994$  ]。

#### 4.4 碳酸钠标准滴定溶液:

##### 4.4.1 配制:

按表 7 的规定称取无水碳酸钠, 溶于 1000 mL 水中, 摇匀。

表 7

| 碳酸钠标准滴定溶液的浓度 [ $c(1/2Na_2CO_3)$ ] / (mol/L) | 无水碳酸钠的质量 m/g |
|---------------------------------------------|--------------|
| 1                                           | 53           |
| 0.1                                         | 5.3          |

##### 4.4.2 标定:

量取 35.00mL~40.00mL 配制好的碳酸钠溶液, 加表 8 规定体积的水, 加 10 滴溴甲酚绿 - 甲基红指示液, 用表 8 规定的相应浓度的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸 2min 冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。

|                  |              |
|------------------|--------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号         |
|                  | 版本号:         |
|                  | 共 23 页 第 5 页 |

表 8

| 碳酸钠标准滴定溶液的浓度 (c<br>(1/2Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )) / (mol/L) | 加入水的体积<br>V/mL | 盐酸标准滴定溶液的浓度 (c (HCl) )<br>/ (mol/L) |
|---------------------------------------------------------------------|----------------|-------------------------------------|
| 1                                                                   | 50             | 1                                   |
| 0.1                                                                 | 20             | 0.1                                 |

碳酸钠标准滴定溶液的浓度 (c (1/2Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>))，数值以摩尔每升 (mol/L) 表示，按式 (4) 计算：

$$c(1/2Na_2CO_3) = V_1 c_1 / V \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V<sub>1</sub>—盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c<sub>1</sub>—盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V—碳酸钠溶液的体积的准确数值，单位为毫升 (mL)。

#### 4.5 重铬酸钾标准滴定溶液：c(1/6K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) = 0.1 mol/L

##### 4.5.1 方法一：

##### 4.5.1.1 配制：

称取 5g 重铬酸钾，溶于 1000 mL 水中，摇匀。

##### 4.5.1.2 标定：

量取 35.0mL~40.0mL 配制好的重铬酸钾溶液，置于碘量瓶中，加 2g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液 (20%)，摇匀，于暗处放置 10min，加 150mL 水 (15℃~20℃)，用硫代硫酸钠标准滴定溶液 (c (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 0.1 mol/L) 滴定，近终点时加 2mL 淀粉指示液 (10g/L) 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色，同时做空白试验。

重铬酸钾标准滴定溶液的浓度 (c(1/6K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>))，数值以摩尔每升 (mol/L) 表示，按式 (5) 计算

$$c(1/6K_2Cr_2O_7) = (V_1 - V_2) \times c_1 / N \dots\dots\dots (5)$$

V<sub>1</sub>—硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V<sub>2</sub>—空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

|                  |              |
|------------------|--------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号         |
|                  | 版本号:         |
|                  | 共 23 页 第 6 页 |

$c_1$ —硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

$V$ —重铬酸钾溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

#### 4.5.2 方法二：

称取  $4.90\text{g} \pm 0.20\text{g}$  已在  $120^\circ\text{C}$  的电烘箱中干燥至恒重的上作基准试剂重铬酸钾，溶于，移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

重铬酸钾标准滴定溶液的浓度 ( $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ )，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(6)计算：

$$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = m \times 1000 / VM \cdots \cdots (6) \quad \text{式中:}$$

$m$ —重铬酸钾的质量的准确数值，单位为克(g)；

$V$ —重铬酸钾溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

$M$ —重铬酸钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 49.031$ )。

#### 4.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{ mol/L}$ ,

##### 4.6.1 配制：

称取 26g 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) (或 16g 无水硫代硫酸钠)，加 0.2g 无水碳酸钠，溶于 1000 mL 水中，缓缓煮沸 10min，冷却。放置两周后过滤。

##### 4.6.2 标定：

称取 0.18g 于  $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  干燥至恒重的工作基准试剂重铬酸钾，置于碘量瓶中，溶于 25 mL 水，加 2g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液(20%)，摇匀，于暗处放置 10min。加 150mL 水( $15^\circ\text{C} \sim 20^\circ\text{C}$ )，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，近终点时加 2mL 淀粉指示液(10g/L)，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度 ( $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ )，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(7)计算

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = m \times 1000 / (V_1 - V_2) / M \cdots \cdots (7) \quad \text{式中:}$$

$m$ —重铬酸钾的质量的准确数值，单位为克(g)；

$V_1$ —硫代硫酸钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

$V_2$ —空白试验硫代硫酸钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)。

|                  |              |
|------------------|--------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号         |
|                  | 版本号:         |
|                  | 共 23 页 第 7 页 |

M—重铬酸钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(1/6K_2Cr_2O_7)=49.031$ )。

#### 4.7 溴标准滴定溶液:

$$c(1/2Br_2) = 0.1 \text{ mol/L}$$

##### 4.7.1 配制:

称取 3g 溴酸钾及 25g 溴化钾,溶于 1000 mL 水中,摇匀。

##### 4.7.2 标定:

量取 35.00mL~40.00mL 配制好的溴溶液,置于碘量瓶中,加 2g 碘化钾及 5 mL 盐酸溶液(20%),摇匀,于暗处放置 5min。加 150mL 水(15℃~20℃),用硫代硫酸钠标准滴定溶液( $c(Na_2S_2O_3)=0.1 \text{ mol/L}$ )滴定,近终点时加 2mL 淀粉指示液(10g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。

同时做空白试验。

溴标准滴定溶液的浓度( $c(1/2Br_2)$ ),数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(8)计算:

$$c(1/2Br_2) = (V_1 - V_2) \times C_1 / V \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$V_1$ —硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ —空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$C_1$ —硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ —溴溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

#### 4.8 溴酸钾标准滴定溶液:

$$c(1/6KBrO_3) = 0.1 \text{ mol/L}$$

##### 4.8.1 配制:

称取 3g 溴酸钾,溶于 1000 mL 水中,摇匀。

##### 4.8.2 标定

量取 35.00mL~40.00mL 配制好的溴酸钾溶液,置于碘量瓶中,加 2g 碘化钾及 5 mL 盐酸溶液(20%),摇匀,于暗处放置 5min。加 150mL 水(15℃~20℃),用硫代硫酸钠标准滴定溶液( $c(Na_2S_2O_3)=0.1 \text{ mol/L}$ )滴定,近终点时加 2mL 淀粉指示液(10g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。

同时做空白试验。

|                  |              |
|------------------|--------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号         |
|                  | 版本号:         |
|                  | 共 23 页 第 8 页 |

溴酸钾标准滴定溶液的浓度 ( $c(1/6\text{KBrO}_3)$ ), 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(9)计算:

$$c(1/6\text{KBrO}_3) = (V_1 - V_2) \times c_1 / N \cdots \cdots (9)$$

式中:

$V_1$ —硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$V_2$ —空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$c_1$ —硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ —溴酸钾溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL)。

4.9 碘标准滴定溶液:  $c(1/2\text{I}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$

4.9.1 配制: 称取 13g 碘及 35g 碘化钾, 溶于 100 mL 水, 稀释至 1000mL 摇匀, 贮存于棕色瓶中。

4.9.2 标定:

4.9.2.1 方法一:

称取 0.18g 预先在硫酸干燥器中干燥至恒重的工作基准试剂只氧化二砷, 置于碘量瓶中, 加 6 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 ( $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ ) 溶解, 加 50 mL 水, 加 2 滴酚酞指示液

(10g/L), 用硫酸标准滴定溶液 ( $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$ ) 滴定至溶液无色, 加 3g 碳酸氢钠及 2 mL 淀粉指示液(10g/L), 用配制好的碘溶液滴定至溶液呈浅蓝色。同时做空白试验。

碘标准滴定溶液的浓度 ( $c(1/2\text{I}_2)$ ), 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(10)计算:

$$c(1/2\text{I}_2) = m \times 1000 / (V_1 - V_2) / M \cdots \cdots (10)$$

式中:

$m$ —三氧化二砷的质量的准确数值, 单位为克(g);

$V_1$ —碘溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$V_2$ —空白试验碘溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$M$ —三氧化二砷的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(1/4\text{As}_2\text{O}_3) = 49.460$ )。

4.9.2.2 方法二:

量取 35.00mL~40.00mL 配制好的碘溶液, 置于碘量瓶中, 加 150mL 水(15℃~20℃), 用硫代硫酸钠标准滴定溶液 ( $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ) 滴定, 近终点时加 2mL 淀粉指示液(10g/L), 继续滴定至溶液蓝色消失。

|                  |              |
|------------------|--------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号         |
|                  | 版本号:         |
|                  | 共 23 页 第 9 页 |

同时做水所消耗的空白试验:取 250mL 水(15℃~20℃ ), 加 0.05 mL~0.20 mL 配制好的碘溶液及 2mL 淀粉指示液(10g/I), 用硫代硫酸钠标准滴定溶液〔( c (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ) ) =0.1 moUL 滴定至溶液蓝色消失。

碘标准滴定溶液的浓度〔c(1/2I<sub>2</sub> )〕, 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(11)计算:

$$c(1/2I_2)=(V_1-V_2) \ c_1/ \ (V_3-V_4) \cdots \cdots \cdots (11)$$

式中:

- V<sub>1</sub>-硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);
- V<sub>2</sub>-空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);
- c<sub>1</sub>-硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);
- V<sub>3</sub>-碘溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL);
- V<sub>4</sub>-空白试验中加入的碘溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL)。

#### 4. 10 碘酸钾标准滴定溶液:

##### 4. 10. 1 方法一:

###### 4. 10. 1. 1 配制:

称取表 9 规定量的碘酸钾, 溶于 1000 mL 水中, 摇匀。

表 9

| 碘酸钾标准滴定溶液〔c(1 /6KIO <sub>3</sub> )〕/(mol/L) | 碘酸钾的质量 m/g |
|---------------------------------------------|------------|
| 0.3                                         | 11         |
| 0.1                                         | 3.6        |

###### 4. 10. 1. 2 标定

按表 10 的规定, 取配制好的碘酸钾溶液、水及碘化钾, 置于碘量瓶中, 加 5mL 盐酸溶液(20% ), 摇匀, 于暗处放置 5min。加 150mL 水(15℃~20℃), 用硫代硫酸钠标准滴定溶液〔(c ( Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ) =0.1 mol/L) 滴定, 近终点时加 2mL 淀粉指示液(10g/L), 继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 10 页 |

碘酸钾标准滴定溶液的浓度〔c (1/6KIO<sub>3</sub>) 〕, 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(12)计算:

$$c(1/6KIO_3)=(V_1-V_2) \ c_1/V \ \cdots\cdots\cdots (12)$$

式中:

- V<sub>1</sub>-硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);
- V<sub>2</sub>-空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);
- c<sub>1</sub>-硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);
- V-碘酸钾溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL)。

4. 10. 2 方法二:

称取表 11 规定量的已在 180℃± 2℃的电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂碘酸钾, 溶于水, 移入 1000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。

表 11

| 碘酸钾标准滴定溶液的浓度〔c (1/6KIO <sub>3</sub> ) 〕<br>/(mol/L) | 工作基准试剂碘酸钾的质量 m/g |
|-----------------------------------------------------|------------------|
| 0.3                                                 | 10. 70 ± 0. 50   |
| 0.1                                                 | 3. 57 ± 0. 15    |

碘酸钾标准滴定溶液的浓度〔c (1/6KIO<sub>3</sub>) 〕, 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(13)计算:

$$c(1/6KIO_3)=m\times 1000/VM \ \cdots\cdots\cdots (13)$$

式中:

- m-碘酸钾的质量的准确数值, 单位为克(g);
- V-碘酸钾溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL)。
- M-硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);
- V-碘酸钾的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol )〔M(1/6KIO<sub>3</sub>)=35. 667 〕。

4. 11 草酸标准滴定溶液:

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 11 页 |

$c(1/2H_2C_2O_4)=0.1\text{ mol/L}$

#### 4.11.1 配制:

称取 6.4g 草酸( $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ )溶于 1000 mL 水中,摇匀。

#### 4.11.2 标定:

量取 35.00 mL~40.00 mL 配制好的草酸溶液,加 100 mL 硫酸溶液(8 ± 92),用高锰酸钾标准滴定溶液  $c(1/5KMnO_4)=0.1\text{ mol/L}$  滴定,近终点时加热至约 65℃,继续滴定至溶液呈粉红色,并保持 30s。同时做空白对照。

草酸标准滴定溶液的浓度 [ $c(1/2H_2C_2O_4)$ ],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(14)计算:

$$c(1/2H_2C_2O_4) = (V_1 - V_2) c_1 / V \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中:

$V_1$ —高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);;

$V_2$ —空白试验高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c_1$ —高锰酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ —草酸溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

#### 4.12 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5KMnO_4)=0.1\text{ mol/L}$

##### 4.12.1 配制:

称取 3.3g 高锰酸钾,溶于 1050 mL 水中,缓缓煮沸 15min,冷却,于暗处放置两周,用已处理过的 4 号玻璃滤锅过滤。贮存于棕色瓶中。

玻璃滤锅的处理是指玻璃滤锅在同样浓度的高锰酸钾溶液中缓缓煮沸 5min。

##### 4.12.2 标定:

称取 0.25g 于 105℃~110℃电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂草酸钠,溶于 100 mL 硫酸溶液(8 ± 92)中,用配制好的高锰酸钾标准滴定溶液滴定,近终点时加热至约 65℃,继续滴定至溶液呈粉红色,并保持 30s。同时做空白对照。

高锰酸钾标准滴定溶液的浓度 [ $c(1/5KMnO_4)$ ]数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(15)计算

$$c(1/5KMnO_4) = m \times 1000 / (V_1 - V_2) / M \quad \dots\dots\dots (15)$$

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 12 页 |

式中:

$m$ -草酸钠的质量的准确数值, 单位为克(g);

$V_1$ -高锰酸钾溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$V_2$ -空白试验高锰酸钾溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$M$ -草酸钠的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(1/2Na_2C_2O_4) = 66.999$  )。

#### 4.13 硫酸亚铁按标准滴定溶液:

$$c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2] = 0.1 \text{ mol/L}$$

##### 4.13.1 配制:

称取 40g 硫酸亚铁铵  $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ , 溶于 300 mL 硫酸溶液 (20% )中, 加 700mL 水, 摇匀。

##### 4.13.2 标定:

量取 35.00mL~40.00mL 配制好的硫酸亚铁铵溶液, 加 25mL 无氧的水, 用高锰酸钾标准滴定溶液 ( $c(1/5KMnO_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ) 滴定至溶液呈粉红色, 并保持 30s。临用前标定。

硫酸亚铁按标准滴定溶液的浓度  $c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2]$ , 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式 (16) 计算:

$$c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2] = V_1 c_1 / V \dots \dots \dots (16)$$

式中:

$V_1$ -高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$c_1$ -高锰酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ -硫酸亚铁铵溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL)。

#### 4.14 硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液:

$$c(Ce(SO_4)_2) = 0.1 \text{ mol/L}, c[2(NH_4)_2SO_4 \cdot Ce(SO_4)_2] = 0.1 \text{ mol/L}$$

##### 4.14.1 配制:

称取 40g 硫酸铈  $[Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O]$  或 67g 硫酸铈铵  $[2(NH_4)_2SO_4 \cdot Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O]$ , 加 30 mL 水及 28mL 硫酸, 再加 300mL 水, 加热溶解, 再加 650mL 水, 摇匀。

##### 4.14.2 标定:

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 13 页 |

称取 0.25g 于 105℃~110℃电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂草酸钠，溶于 75mL 水中，加 4mL 硫酸溶液（20%）及 10mL 盐酸，加热至 65℃~70℃，用配制好的硫酸饰（或硫酸铈铵）滴定至溶液呈浅黄色。加入 0.10mL 1,10-菲啰啉-亚铁指示液使溶液变为桔红色，继续滴定至溶液呈浅蓝色。同时做空白试验。

硫酸饰（或硫酸铈铵）标准滴定溶液的浓度  $c$ ，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(17)计算：

$$c = m \times 1000 / (V_1 - V_2) / M \quad \cdots \cdots (17) \quad \text{式中:}$$

式中：

- $m$ —草酸钠的质量的准确数值，单位为克(g)；
- $V_1$ —硫酸饰（或硫酸铈铵）溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；
- $V_2$ —空白试验硫酸饰(或硫酸铈铵)溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；
- $M$ —草酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(1/2Na_2C_2O_4) = 66.999$ )。

4.15 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液：

4.15.1 配制：

按表 12 的规定量称取乙二胺四乙酸二钠，加 1000 mL 水，加热溶解，冷却，摇匀。

表 12

| 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度 ( $c$ (EDTA)) / (mol/L) | 乙二胺四乙酸二钠的质量 $m/g$ |
|-------------------------------------------|-------------------|
| 0.1                                       | 40                |
| 0.05                                      | 20                |
| 0.02                                      | 8                 |

4.15.2 标定：

4.15.2.1 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 ( $c$  (EDTA)=0.1 mol/L) , ( $c$  (EDTA) =0.05 mol/L)

按表 13 的规定量称取于 800℃±50℃的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氧化锌，用少量水湿润，加 2 mL 盐酸溶液（20%）溶解，加 100 mL 水，用氨水溶液（20%）调节溶液 pH 至 7~8，加 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲（pH≈10）及 5 滴铬黑 T 指示液(5g/L)，用配制好的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 14 页 |

表 13

| 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度 [c (EDTA)]<br>/(mol/L) | 工作基准试剂氧化锌的质量 m/g |
|------------------------------------------|------------------|
| 0.1                                      | 0.3              |
| 0.05                                     | 0.15             |

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度 [c (EDTA)], 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(18)计算

$$c(\text{EDTA}) = M \times 1000 / (V_1 - V_2) / M \quad \dots\dots\dots (18)$$

式中:

m-氧化锌的质量的准确数值, 单位为克(g);

$V_1$ -乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$V_2$ -空白试验乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

M-氧化锌的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(\text{ZnO})=81.39$  )。

#### 4.15.2.2 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [c (EDTA) =0.02 mol/L]

称取 0.42g 于 800℃±50℃的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氧化锌, 用少量水湿润, 加 3mL 盐酸溶液 (20%) 溶解, 移入 250 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。取 35.00mL ~ 40.00 mL, 加 70mL 水, 用氨水溶液 (10%) 调节溶液 PH 至 7~8, 加 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲 (PH≈10) 及 5 滴铬黑 T 指示液 (5g/L), 用配制好的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度 [c (EDTA)], 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(19)计算:

$$c(\text{EDTA}) = M \times V_1 \times 1000 / 250 / (V_2 - V_3) / M \quad \dots\dots\dots (19) \quad \text{式中:}$$

m-氧化锌的质量的准确数值, 单位为克(g);

$V_1$ -氧化锌溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL);

$V_2$ -乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$V_3$ -空白试验乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 15 页 |

M-氧化锌的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(\text{ZnO})=81.39$ )。

4.16 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)=0.1\text{ mol/L}$

4.16.1 配制:

称取 14g 氯化锌, 溶于 1000 mL 盐酸溶液(1+2000)中, 摇匀。

4.16.2 标定:

称取 1.4g 经硝酸镁饱和溶液恒湿器中放置 7d 后的工作基准试剂乙二胺四乙酸二钠, 溶于 100mL 热水中, 加 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲( $\text{pH}\approx 10$ ), 用配制好的氯化锌溶液滴定, 近终点时加 5 滴铬黑 T 指示液(5g/L), 继续滴定至溶液由蓝色变为紫红色。同时做空白试验。

氯化锌标准滴定溶液的浓度 ( $c(\text{ZnCl}_2)$ ), 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(20)计算:

$$c(\text{ZnCl}_2) = m \times 1000 (V_1 - V_2) / M \quad \dots\dots\dots (20) \quad \text{式中:}$$

m-乙二胺四乙酸二钠溶液的质量的准确数值, 单位为克(g);

$V_1$ -氧化锌溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL);

$V_2$ -空白试验氧化锌溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$V_3$ -乙二胺四乙酸二钠溶液的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(\text{EDTA})=372.24$ )。

4.17 氯化镁(或硫酸镁)标准滴定溶液:

$$c(\text{MgCl}_2)=0.1\text{ mol/L}, c(\text{MgSO}_4)=0.1\text{ mol/L}$$

4.17.1 配制:

称取 21g 氯化镁( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (或 25g 硫酸镁( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )), 溶于 1000 mL 盐酸溶液(1 ± 2000)中, 放置 1 个月后, 用 3 号玻璃滤坩过滤。

4.17.2 标定:

称取 1.4g 经硝酸镁饱和溶液恒湿器, 扫放置 7d 后的工作基准试剂乙二胺四乙酸二钠, 溶于 100mL 热水中, 加 10mL 氨 - 氯化铵缓冲溶液甲( $\text{pH}\approx 10$ ), 用配制好的氯化镁(或硫酸镁)溶液滴定, 近终点时加 5 滴铬黑 T 指示液(5g/L), 继续滴定至溶液由蓝色变为紫红色。同时做空白试验。

氯化镁(或硫酸镁)标准滴定溶液的浓度 ( $c$ ), 数值以摩尔每升((mol/L)表示, 按式(21)计算。

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 16 页 |

$$c(\text{ZnCl}_2) = m \times 1000 (V_1 - V_2) / M \quad \dots\dots\dots (21)$$

式中:

$m$ —乙二胺四乙酸二钠溶液的质量的准确数值, 单位为克(g);

$V_1$ —氧化锌(或硫酸镁)溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL);

$V_2$ —空白试验氯化镁(或硫酸镁)溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);;

$M$ —乙二胺四乙酸二钠的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(\text{EDTA}) = 372.24$ )。

#### 4.18 硝酸铅标准滴定溶液:

$$c(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2) = 0.05 \text{ mol/L}$$

##### 4.18.1 配制:

称取 17g 硝酸铅, 溶于 1000 mL 硝酸溶液(1+2000)中, 摇匀。

##### 4.13.2 标定:

量取 35.00mL~40.00mL 配制好的硝酸铅溶液, 加 3mL 乙酸(冰醋酸)及 5g 六次甲基四胺, 加 70 mL 水及 2 滴二甲酚橙指示液(2g/L), 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液( $c(\text{EDTA}) = 0.05 \text{ mol/L}$ ) 滴定至溶液呈亮黄色。

硝酸铅标准滴定溶液的浓度  $c(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2)$ , 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(22)计算:

$$c(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2) = V_1 c_1 / V \quad \dots\dots\dots (22)$$

式中:

$V_1$ —乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$V_2$ —乙二胺四乙酸二钠溶液的浓度的准确数值, 单位为克每摩尔(g/mol);

$V$ —硝酸铅溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL)。

#### 4.19 氯化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$

##### 4.19.1 方法一:

##### 4.19.1.1 配制:

称取 5.9g 氯化钠, 溶于 1000 mL 水中, 摇匀。

##### 4.19.1.2 标定:

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 17 页 |

按 GB/T 9725-2007 的规定测定, 其中: 量取 35.00mL ~ 40.00mL 配制好的氯化钠溶液, 加 40mL 水、10mL 淀粉溶液(10g/L), 以 216 型银电极作指示电极, 217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极, 用硝酸银标准滴定溶液 [ $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] 滴定, 并按 GB/T9725-2007 中 6.2.2 条规定计算  $V_0$ 。

氯化钠标准滴定溶液的浓度 [ $c(\text{NaCl})$ ], 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(23)计算:

$$[c(\text{NaCl})] = V_0 \times c_1 / V \quad \dots\dots\dots (23) \quad \text{式中:}$$

$V_0$ —硝酸银标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$c_1$ —硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ —氯化钠溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL)。

#### 4.19.2 方法二:

称取 5.84g ± 0.30g 已在 550℃ ± 50℃ 的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氯化钠, 溶于水, 移入 1000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。

氯化钠标准滴定溶液的浓度 [ $c(\text{NaCl})$ ], 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(24)计算:

$$c(\text{NaCl}) = m \times 1000 / V / M \quad \dots\dots\dots (24)$$

式中:  $m$ —氯化钠的质量的准确数值, 单位为克(g);

$V$ —氯化钠溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL)。

$M$ —氯化钠的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(\text{NaCl}) = 58.442$ )。

#### 4.20 硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液:

$$c(\text{NaSCN}) = 0.1 \text{ mol/L}, c(\text{KSCN}) = 0.1 \text{ mol/L}, c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0.1 \text{ mol/L}$$

4.20.1 配制: 称取 8.2g 硫氰酸钠(或 9.7g 硫氰酸钾或 7.9g 硫氰酸铵), 溶于 1000 mL 水中, 摇匀。

##### 4.20.2 标定:

##### 4.20.2.1 方法一:

按 GB/T9725-2007 的规定测定。其中: 最取 0.6g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的工作基准试剂硝酸银, 溶于 90mL 水中, 加 10mL 淀粉溶液(10g/L)及 10mL 硝酸溶液(25%), 以 216 型银电极作指示电极, 217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极, 用配制好的硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)溶液滴定, 并按 GB/T 9725-2007 中 6.2.2 条规定计算  $V_0$ 。

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 18 页 |

硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液的浓度  $c$ ，数值以摩尔每升(mol/L)表示，

按式(25)计算：

$$c = m \times 100Q / V_0 / M \cdots \cdots (25)$$

式中：

$m$ —硝酸银的质量的准确数值，单位为克(g)；

$V_0$ —硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

$M$ —硝酸银的摩尔质量的效值，单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(\text{AgNO}_3) = 169.87$ )。

#### 4.20.2.2 方法二：

按 GB/T9725-2007 的规定测定，其中：量取 35.00mL~40.00mL 配制好的硝酸银标准溶液( $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ )，加 60mL 水、10mL 淀粉溶液(10g/L)及 10mL 硝酸溶液(25%)，以 216 型银电极作指示电极，217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极，用配制好的硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)溶液滴定，并按 GB/T9715-2007 中 6.2.2 条规定计算  $V_0$ 。

硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液的浓度  $c$ ，数值以摩尔每升(mol/L)表示，

按式(26)计算：

$$c = V \times c_1 / V_0 \cdots \cdots (26)$$

式中：

$V$ —硝酸银标准滴定溶液体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

$c_1$ —硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升((mol/L)；

$V_0$ —硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

#### 4.21 硝酸银标准滴定溶液：

$C(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$

##### 4.21.1 配制：

称取 17.5g 硝酸银，溶于 1000mL 水中，摇匀。溶液贮存于棕色瓶中。

##### 4.21.2 标定：

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 19 页 |

按 GB/T9725-2007 规定测定。其中:称取 0.22g 于 500℃~600℃的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氯化钠,溶于 70mL 水中,加 10mL 淀粉溶液(10g/L),以 216 型银电极作指示电极,217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极,用配制好的硝酸银溶液滴定,并按 GB/T9725-2007 中 6.2.2 条规定计算  $V_0$ 。

硝酸银标准滴定溶液的浓度  $c(\text{AgNO}_3)$ , 数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(27)计算:

$$c=m \times 1000/V_0/M \cdots \cdots (27)$$

式中:

- $m$ -氯化钠的质量的准确数值,单位为克(g);
- $V_0$ -硝酸银体积的准确数值,单位为毫升(mL)。
- $M$ -氯化钠的摩尔质量的效值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M(\text{NaCl})=58.442$ )。

4.22 亚硝酸钠标准滴定溶液:

4.22.1 配制:

按表 14 的规定量称取亚硝酸钠、氢氧化钠及无水碳酸钠,溶于 1000mL 水中,摇匀。

| 亚硝酸钠标准滴定溶液<br>( $c(\text{NaNO}_2)$ )/(mol/L) | 亚硝酸钠的质量 m/g | 氢氧化钠的质量 m/g | 无水碳酸钠的质量 m/g |
|----------------------------------------------|-------------|-------------|--------------|
| 0.5                                          | 36          | 0.5         | 1            |
| 0.1                                          | 7.2         | 0.1         | 0.2          |

4.22.2 标定:

按表 15 规定称取于 120℃±2℃的电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂无水对氨基磺酸,加氨水溶解,加 200mL 水及 20mL 盐酸,按永停滴定法安装好电极和测量仪表(见 GB/T 601-2002 图 1)。将装有配制好的相应浓度的亚硝酸钠溶液的滴管下口插入溶液内约 10mm 处,在搅拌下于 15℃±20℃进行滴定,近终点时,将滴管的尖端提出液面,用少量水淋洗尖端,洗液并入溶液中,继续慢慢滴定,并观察检流计读数和指针偏转情况,直至加入滴定液搅拌后电流突增,并不再回复时为滴定终点。临用前标定。

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号          |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 20 页 |

表 15

| 亚硝酸钠标准滴定溶液<br>( $c(\text{NaNO}_2)$ )/(mol/L) | 工作基准试剂无水对氨基苯磺酸的质量 $m/\text{g}$ | 氨水的体积 $V/\text{mL}$ |
|----------------------------------------------|--------------------------------|---------------------|
| 0.5                                          | 3                              | 3                   |
| 0.1                                          | 0.6                            | 2                   |

亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度 ( $c(\text{NaNO}_2)$ ), 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(28)计算:

$$c(\text{NaNO}_2) = m \times 1000 / V \cdot M \cdots \cdots (28) \text{ 式中:}$$

$m$  - 无水对氨基苯磺酸的质量的准确数值, 单位为克(g);

$V$  - 亚硝酸钠溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL)。

$M$  - 无水对氨基苯磺酸的摩尔质量的效值, 单位为克每摩尔 g/mol) ( $M(\text{C}_6\text{H}_4(\text{NH}_2)\text{SO}_3\text{H}) = 173.19$ )。

4.23 高氯酸标准滴定溶液:  $c(\text{HClO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$

4.23.1 配制:

4.23.1.1 方法一:

量取 8.7mL 高氯酸, 在搅拌 F 注入 500mL 乙酸(冰醋酸)中, 混匀。滴加 20mL 乙酸酐, 搅拌至溶液均匀。冷却后用乙酸(冰醋酸)稀释至 1000mL。

4.23.1.2 方法二:

量取 8.7mL 高氯酸, 在搅拌下注入 950mL 乙酸(冰醋酸)中, 混匀。取 10mL, 按 GB/T606-2003 的规定测定水的质量分数, 每次 5mL, 用吡啶做溶剂。以两平行测定结果的平均值( $X_1$ )计算高氯酸溶液中乙酸酐的加入量。滴加计算量的乙酸酐, 搅拌均匀。冷却后用乙酸(冰醋酸)稀释至 1000mL, 摇匀。

高氯酸溶液中乙酸酐的加入量 ( $V$ ), 数值以毫升(mL)表示, 按(29)计算:

$$V = 5320 \times W_1 - 2.8 \cdots \cdots (29)$$

式中:  $m$  - 未加乙酸酐的高氯酸溶液中的水的质量分数, 数值以%表示。

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号:         |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 21 页 |

#### 4.23.2 标定:

称取 0.75g 于 105℃~110℃的烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾, 置于干燥的锥形瓶中, 加入 50mL 乙酸 (冰醋酸), 温热溶解。加 3 滴结晶指示液 (5g/L), 用配制好的高氯酸溶液滴定至溶液由紫色变为蓝色 (微带紫色)。临用前标定。

标定温度下高氯酸标准滴定溶液的浓度 ( $c(\text{HClO}_4)$ ), 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按式 (30) 计算:

$$c(\text{HClO}_4) = m \times 1000 / V / M \quad \dots\dots\dots (30) \text{ 式中}$$

$m$ —邻苯二甲酸氢钾的质量的准确数值, 单位为克 (g);

$V$ —高氯酸溶液的体积的准确数值, 单位为毫升 (mL)。

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

#### 4.23.3 修正方法:

使用高氯酸标准滴定溶液时的温度应与标定时的温度相同: 若温度不相同, 应将高氯酸标准滴定溶液的浓度修正到使用温度下的浓度的数值。

高氯酸标准滴定溶液修正后的浓度 [ $c_1(\text{HClO}_4)$ ], 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按式 (31) 计算:

$$c_1(\text{HClO}_4) = c / [1 + 0.0011(t_1 - t)] \quad \dots\dots\dots (31)$$

式中:

$c$ —标定温度下高氯酸标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

$t_1$ —使用时高氯酸标准滴定溶液的温度的数值, 单位为摄氏度 (℃);

$t$ —标定高氯酸标准滴定溶液的温度的数值, 单位为摄氏度 (℃);

0.0011—高氯酸标准滴定溶液每改变 1℃时的体积膨胀系数。

#### 4.24 氢氧化钠-乙醇标准滴定溶液: $c(\text{KOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$

##### 4.24.1 配制:

称取 8g 氢氧化钾, 置于聚乙烯容器中, 加少量水 (约 5mL) 溶解, 用乙醇 (95%) 稀释至 1000mL, 密闭放置 24h。用塑料管虹吸上层清液至另一聚乙烯容器中。

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号:         |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 22 页 |

#### 4.24.2 标定:

称取 0.75g 于 105℃~110℃电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾,溶于 50mL 无二氧化碳的水中,加 2 滴酚酞指示液(10g/L),用配制好的氢氧化钾乙醇溶液滴定至溶液呈粉红色,同时做空白试验。临用前标定。

氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的浓度[ $c(\text{KOH})$ ],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(32)计算:

$$c(\text{KOH}) = m \times 1000 / M(V_1 - V_2) \dots\dots\dots (32) \text{ 式中}$$

$m$ —邻苯二甲酸氢钾的质量的准确数值,单位为克(g);

$V_1$ —氢氧化钾-乙醇溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ —空白的氢氧化钾-乙醇溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

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

#### 5 一般规定:

5.1 本规程除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯以上,所用试剂及制品,应按 GB/T603-2002 规定制备,实验用水应符合 GB/T6682-2008 中三级水的规格。

5.2 本标准制备的标准滴定溶液的浓度,除高氯酸外,均指 20℃时的浓度。在标准滴定溶液标定、直接制备和使用时若温度有差异,应按 GB/T601-2002 附录 A 补正。标准滴定溶液标定、直接制备和使用时所用分析天平、砝码、滴定管、容量瓶、单标线吸管等均须定期校正。

5.3 在标定和使用标准滴定溶液时,滴定速度一般应保持在 6mL/min~8mL/min。

5.4 称量工作基准试剂的质量的数值小于等于 0.5g 时,按精确至 0.01 mg 称量;数值大于 0.5g 时,按精确至 0.1mg 称量。

5.5 制备标准滴定溶液的浓度值应在规定浓度值的±0.5%范围以内。

5.6 标定标准溶液的浓度时,须两人进行实验,分别各做四平行,每人四平行测定结果极差的相对值不得大于重复性临界极差[CrR95(4)]的相对值 0.15%,两人共八平行测定结果极差的相对值不得大于重复性临界极差[CrR95(8)]的相对值 0.18%。取两人八平行测定结果的平均值为测定结果。在运算过程中保留五位有效数字,浓度值报出结果取四位有效数字。

|                  |               |
|------------------|---------------|
| 化学试剂 标准滴定溶液的制备规程 | 文件编号:         |
|                  | 版本号:          |
|                  | 共 23 页 第 23 页 |

- 5.7 本规程中标准滴定溶液浓度平均值的扩展不确定度一般不应大于 0.2%，可根据需要报出，其计算参见 GB/T601-2002 附录 B。
- 5.8 本规程使用工作基准试剂标定标准滴定溶液的浓度。当对标准滴定溶液浓度值的准确度有更高要求时，可使用二级纯度标准物质或定值标准物质代替工作基准试剂进行标定或直接制备，并在计算标准滴定溶液浓度值时，将其质量分数代入计算式中。
- 5.9 标准滴定溶液的浓度小于等于 0.02mol/L 时，应于临用前将浓度高的标准滴定溶液用煮沸并冷却的水稀释，必要时重新标定。
- 5.10 除另有规定外，标准滴定溶液在常温(15℃～25℃)下保存时间一般不超过两个月。当溶液出现浑浊、深沉、颜色变化等现象时，应重新制备。
- 5.11 贮存标准滴定溶液的容器，其材料不应与溶液起理化作用，壁厚最薄处不小于 0.5mm。
- 5.12 本规程中所用溶液以（%）表示为均为质量分数，只有乙醇（95%）中的（%）为体积分数。

## 还原物质（间接法）检验 操作规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|                 |             |
|-----------------|-------------|
| 还原物质(间接法)检验操作规程 | 文件编号        |
|                 | 版本号:        |
|                 | 共 3 页 第 1 页 |

## 1 目的:

为了检测样品供试液中还原物质含量的高低,判定该产品是否符合标准。

为了确保实验数据的准确、可靠,制定本管理操作规程。

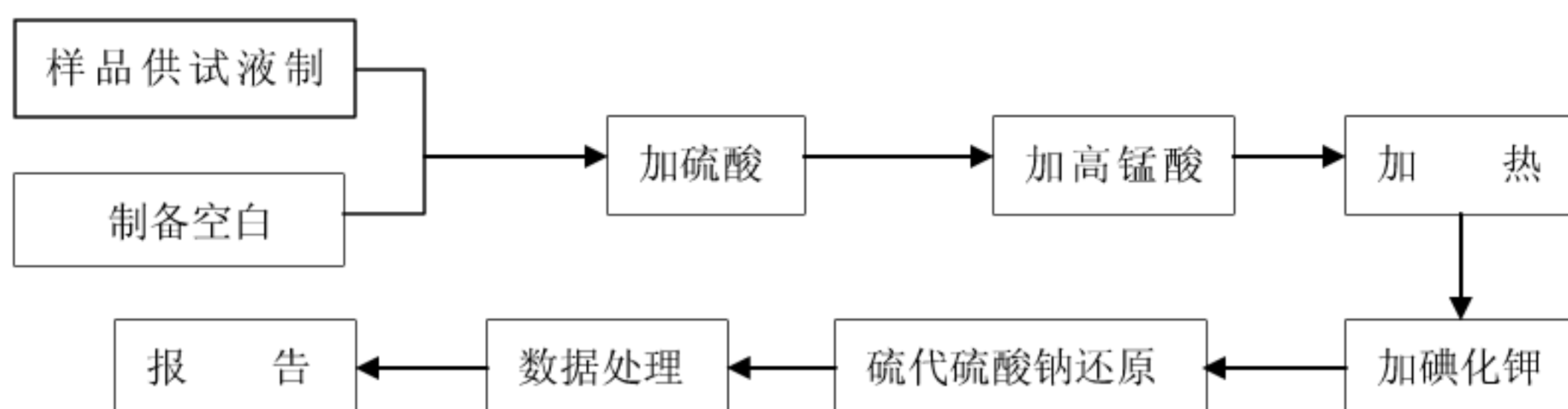
## 2 适用范围:

本规定适用间接法测定还原物质的实验操作。

## 3 间接法测定还原物质原理:

浸提液中含有的还原物质在酸性条件下加热时,被高锰酸钾氧化,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。

## 4 样本检测基本过程:



## 5 各步操作规程:

试剂配制:

- 1) 20%的稀硫酸的制备:取 128mL 硫酸, 缓缓注入 500mL, 冷却后稀释至 1000mL ;
- 2) 0.02mol/L 高锰酸钾贮备溶液的制备:取 3.3g 高锰酸钾, 加水 1050mL, 煮沸 15 min, 加水至 1000mL, 密塞后静置两天以上, 用微孔漏斗过滤, 摇匀。标定其浓度;
- 3) 0.002mol/L 高锰酸钾标准溶液的制备:临用前取 0.02mol/L 高锰酸钾溶液加蒸馏水稀释 10 倍 (所使用的蒸馏水临用前煮沸后冷却);
- 4) 淀粉指示液的制备:取 0.5g 淀粉溶解于事先预热的 100mL 蒸馏水中;
- 5) 0.1mol/L 硫代硫酸钠贮备溶液的制备:取 26g 含 5 份水硫代硫酸钠或 16g 无水硫代硫酸钠, 溶于 1000mL 水中, 缓缓煮沸 10min, 冷却, 加水至 1000mL。置两周后过滤,。标定其浓度;

|                 |             |
|-----------------|-------------|
| 还原物质(间接法)检验操作规程 | 文件编号        |
|                 | 版本号:        |
|                 | 共 3 页 第 2 页 |

6 ) 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液的制备:临用前取 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液加蒸馏水稀释 10 倍 (所使用的蒸馏水临用前煮沸后冷却)。

## 5.2 试验步骤:

### 5.2.1 供试液的制备:

1)按照样品企业标准或产品相关标准进行制备供试液:

2)同时、同条件制备空白样本.

### 5.2.2 操作:

1)取碘量瓶分别加入样品供试液、空白对照 1 0mL, 每样 2 份;

2)在各碘量瓶中加入 1.0mL 20%的稀硫酸;

3)在各碘量瓶中加入 10.0mL 0.002mol/L 高锰酸钾标准溶液;

4)各碘量瓶煮沸 3min, 冷却:

5)各碘量瓶中加入 0.1g 碘化钾, 摇匀, 用水封闭塞子, 置于暗处;

6)用 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色, 加入 5 滴淀粉指示液, 继续滴定至兰色刚好消失, 得到硫代硫酸钠标准溶液所用的体积  $V_s$ ;

7)同法得到空白样本消耗硫代硫酸钠标准溶液所用的体积  $V_0$ 。

### 5.2.3 注意点:

1)样本取样量可用 20mL:

2)样本取样量用 20mL 时, 稀硫酸加 2mL. 碘化钾 1.0g。

## 6 数据处理:

还原物质量以消耗的高锰酸钾标准溶液的量表示, 计算公式:  $V = (V_0 - V_s) c_s / c_0$

其中:V 还原物质量以消耗的高锰酸钾标准溶液的量表示, mL

$V_0$ . 空白液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL

$V_s$  样本供试液液消耗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

$c_0$  标准中规定的高锰酸钾浓度, mol/L

|                 |             |
|-----------------|-------------|
| 还原物质(间接法)检验操作规程 | 文件编号:       |
|                 | 版本号:        |
|                 | 共 3 页 第 3 页 |

## 7 结果与评价:

根据测量结果按照企业标准或其相关产品标准进行判定并报告。

## 8 试剂标定:

### 8.1 0.02mol/L 高锰酸钾贮备溶液的标定:

取 105℃干燥至恒重的基准草酸钠约 0.2g, 精确称重, 加入 100mL 硫酸溶液(92+8)搅拌使之溶解。自滴定管中迅速将 25mL 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℃, 继续滴定至溶液呈微红色并保持 30s 不褪。当滴定至终点时, 溶液温度应不低于 55℃, 同时作空白试验。

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

### 8.2 0.1mol/L 硫代硫酸钠贮备溶液的标定:

称取 0.15 克于 120℃干燥至恒重基准重铬酸钾, 精确称重, 置于碘量瓶中, 溶解于 25mL 水, 加 2g 碘化钾及 20mL 稀硫酸(20%), 摇匀, 于暗处放置 10min。加水 150mL, 用配制好的硫代硫酸钠溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定, 近终点时加 3mL 淀粉指示剂(5g/L), 继续滴定至溶液由兰色变为亮绿色。同时作空白试验。

## 环氧乙烷残留量（GC 法） 操作规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|                     |             |
|---------------------|-------------|
| 环氧乙烷残留量检测(GC 法)操作规程 | 文件编号        |
|                     | 版本号:        |
|                     | 共 3 页 第 1 页 |

1 目的

为了比较精确检测经环氧乙烷(E0)消毒灭菌后的一次性医疗器械产品在 • 定时间后其 E0 的残留量，采用气相色谱(GC)法。

为了确保实验数据的准确、可靠，制定本管理操作规程。

2 适用范围:

本规定适用于气相色谱(GC)的实验操作。

3 气相色谱(GC)法实验条件:

3.1 环境要求

3.1.1 实验室温度 20-27℃;

3.1.2 实验室相对湿度<80% 。

3.2 气体

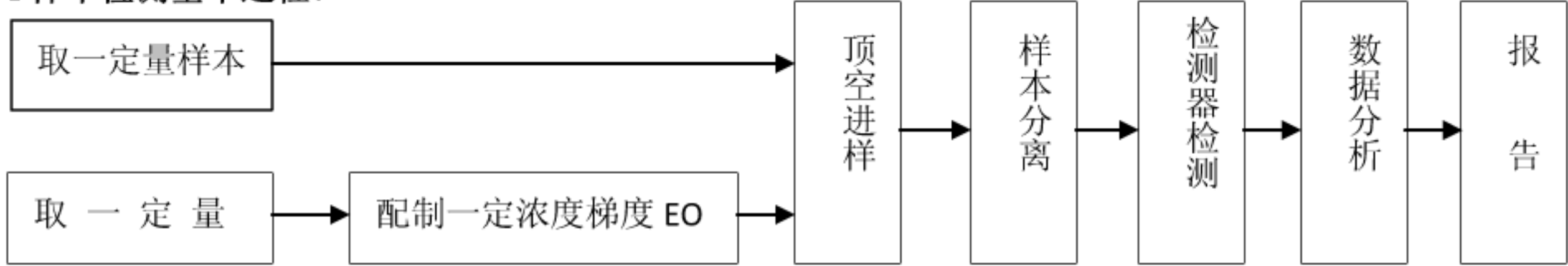
3.2.1 检测环氧乙烷所使用 FID 检测器需配备三种高纯气体:高纯氮气，高纯氢气，干燥空气，纯度>99.999%;

3.2.2 配备气体自动进样阀时，需再配动力气(干燥压缩空气或氮气)。

3.3 氢火焰检测器 (FID):灵敏度不小于  $2 \times 10^{-11}$ g/s[苯，二硫化碳(CS<sub>2</sub>)]。

3.4 色谱柱:所使用色谱柱应能使试样中杂质和环氧乙烷完全分开，并有一定的耐水性。

4 样本检测基本过程:



5 各步操作规程:

5.1 环氧乙烷标准曲线的制备:

5.1.1 环氧乙烷标准贮备液的配制(不同仪器是不同的):取外部干燥的 50mL 带瓶塞的容量瓶，内有约 30mL 水，加入约 0.6mL 环氧乙烷，并精确称取加入环氧乙烷的重量，最后定容。配制成约环氧乙烷 1 0mg/mL 的溶液，作为标准储备液。

5.1.2 环氧乙烷标准液的配制:

将环氧乙烷标准贮备液配制 1 μ g/mL~10 μ g/mL 六个系列浓度的标准溶液，分别精确量取 5mL 置 20mL 取样瓶，最后用封瓶器封口。

|                     |             |
|---------------------|-------------|
| 环氧乙烷残留量检测(GC 法)操作规程 | 文件编号:       |
|                     | 版本号:        |
|                     | 共 3 页 第 2 页 |

5.2 样本浸提方法:

5.2.1 使用浸提:

采用 使用浸提方法时,应在产昌标准中根据产品的 体使用清空,规定在最 格的预期使用条件下的浸提方法和采 方法:并尽里采用以下条件:

- a)浸提 质:用水作为浸提 质;
- b)浸提温度: 个或部分与人体接的摇械在 37℃ (人体温度)浸提,不直接与人体接 的器械在 25℃ (室温)浸提;
- c)浸提时间:当确定浸提时间时,应 在 或预期使用最为格的时间条件下进行,不 于 1;
- d)浸提表面:器械与 液或 液接 的表面。

5.2.2 极 浸提法:

以水为溶剂的极浸提法供试液制各:取产品与人体接 的 相对残留含量高的部件进行试验,取 成 5mm (或 10mm<sup>2</sup> 物)。精确称取一定量的样本(约 1.0g),放入 20mL 取样瓶,并精确量取 5mL 水,最后用封瓶器封口。

5.3 仪器条件 置:

5.3.1 自动顶空进样器条件:

炉温:60℃,进样环温度:70℃. 管温度:80℃;  
GC 环时间:10.0min,样本预热时间:20.0 min,加压时间:0.20 min,进样时间:1.00 min。

5.3.2 气相色谱仪条件:

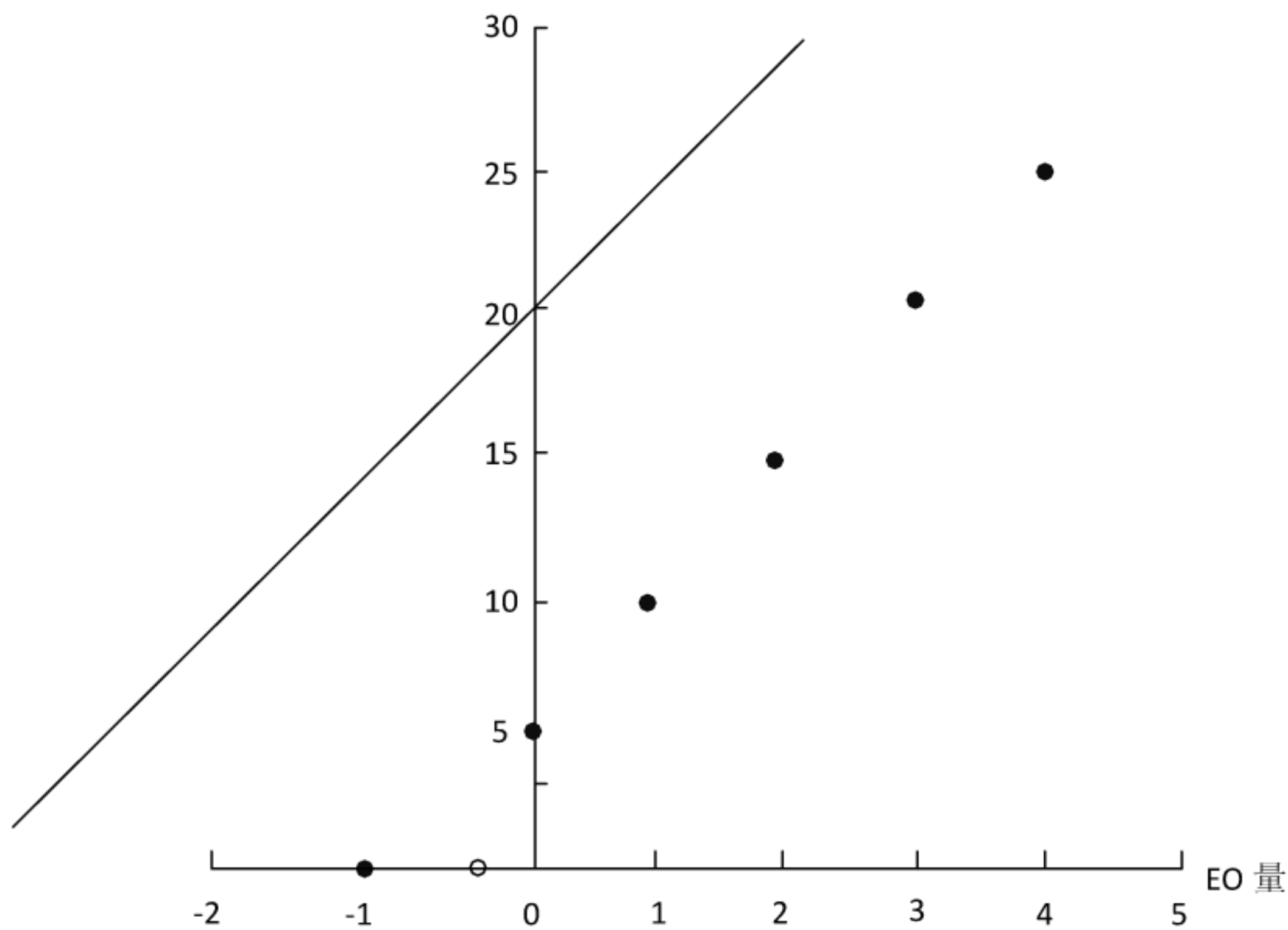
进样口:温度:100℃,分流,比值 1.0: 1;  
色谱柱: 管柱,压力:10.77 si.流速:2.0ml/min,平均流速:30 m/s;  
炉 箱:温度:100℃,程序时间:4min;  
检测器:温度 200℃,流速 30.0 ml/min.压编空气流速 350mL/min,氮气补气流速 18mL/min。

5.3.3 样本顶空进样后,经过进样口, 管柱分离, 检测器检测,最后数据进入工作 进行分析处理。

5.4 数据分析处理及结果计算:

5.4.1 经过 检测器检测 6 个 标准以及样本 有自 关于的一个,按照 6 个 标准以 的浓度为 标和相对应的 面积为 标,制得一个关于环氧乙烷的标准曲线( 示意图)。

5.4.2 在标准曲线上可 到样本的 面积所对应的环氧乙烷的浓度。



低浓度 EO 标准曲线示意图

5. 4. 3 极 浸提法样品中环氧乙烷相对含量:

$$C = \frac{5}{m}$$

C——产品中环氧乙烷相对含量，单位 g/g

5——量取浸提液体积，单位: mL

——标准曲线上出的供试液相应的浓度，单位: g/mL

m——称样量，单位: g

环氧乙烷(GC 法)检验原始记录

文件编号:

共 2 页 第 1 页

|       |                   |       |     |       |  |
|-------|-------------------|-------|-----|-------|--|
| 检验编号: |                   | 产品名称  |     |       |  |
| 生产批号: |                   | 规格型号: |     | 样品数量: |  |
| 检验依据: | GB/T 14233.1-2008 |       |     |       |  |
| 检验日期: |                   | 检验环境: | 24℃ | 65%RH |  |
| 检验仪器: | 气相色谱仪             |       |     |       |  |

实验原 录:

1、环氧乙烷标准曲线的制备:

1) 环氧乙烷标准品:

标: \_\_\_\_\_

批号: \_\_\_\_\_

: \_\_\_\_\_

编号: \_\_\_\_\_

产 : \_\_\_\_\_

2) 各浓度梯度环氧乙烷标准液的配制:

取外部干燥的 50mL 带瓶塞的容量瓶，内有约 30mL 水，加入一定量(约 0.6mL)环氧乙烷，并精确称取加入环氧乙烷的重量\_\_\_\_g，最后定容。

将环氧乙烷标准贮备液配制 1~10 g/mL 的 6 个系列浓度的标准溶液，用精确量取 5mL 各个梯度的环氧乙烷标准溶液到 20mL 顶空瓶中，最后用封瓶器封口，备检。各梯度的环氧乙烷标准溶液浓度如下:

|           |   |   |   |   |   |   |
|-----------|---|---|---|---|---|---|
| 编号        | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 浓度 (g/ml) |   |   |   |   |   |   |

2、样本处理:

取产品上与人体接的 EO 相对残留含量最高的部件进行试验，为 5mm (或 10mm<sup>2</sup> )，称取样本 1.0g 到 20mL 顶空瓶，加实验用水 5mL，最后用封瓶器封口。称取注器公称容量后，37℃，制备供试液，取 5mL 供试液到 20mL 顶空瓶，最后用封瓶器封口

环氧乙烷(GC 法)检验原始记录

文件编号:  
共 2 页 第 2 页

□称取 外 装的单个样本重量\_\_\_\_\_g, \_\_\_\_\_g, \_\_\_\_\_g 平均  
g。

注:平行取样, 编号样 1、样 2

3、操作及操作条件

1) Agilrnt 7694E/Headspace Sample

炉温:60℃, 进样环温度:70℃, 管温度:80℃;

GC 环时间:10.0min, 样本预热时间:40.0 min, 加压时间:0.20 min, 进样  
时间:1.00 min。

2) Agilent 6890N/ALS Chemstation

进样口:温度:100℃, 分流, 比值 1.0:1;

色谱柱: 管柱, 压力:10.77psi, 流速:2.0mL/min, 平均流速:30cm/sec;

炉箱:温度:1000C 程序时间:4min;

检测器:温度 200℃, H<sub>2</sub>流速 30.0 mL/min, 压缩空气流速 350mL/min, 氮气补气流速  
18mL/min。

3)工作 数据 录及数据处理:

4、实验结果:

| 编号             | 样 1                                                                               | 样 2 |
|----------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 取样量 (g)        |                                                                                   |     |
| 顶空瓶中 浓度 (g/ml) |                                                                                   |     |
| 样本 ( g/g)      |                                                                                   |     |
| 结果             |                                                                                   |     |
| 备注:            | 样本 量(g/g) (C×V) /m, 其中:C 为顶空瓶中<br>浓度 g/mL. V 为顶空瓶液体容量(与标准取液量一<br>) :5mL. m 为取样质量。 |     |

复核人: 检验人:

环氧乙烷残留量(比色法)检验  
操作规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|                    |             |
|--------------------|-------------|
| 环氧乙烷残留量（比色法）检验操作规程 | 文件编号        |
|                    | 版本号:        |
|                    | 共 2 页 第 1 页 |

## 1. 目的:

本实验检测经环氧乙烷(E0)消毒灭菌后的一次性医疗器械产品在一定时间后其 E0 的残留量,判定该产品是否符合其企业标准或相关标准。

为了确保实验数据的准确、可靠,制定本管理操作规程。

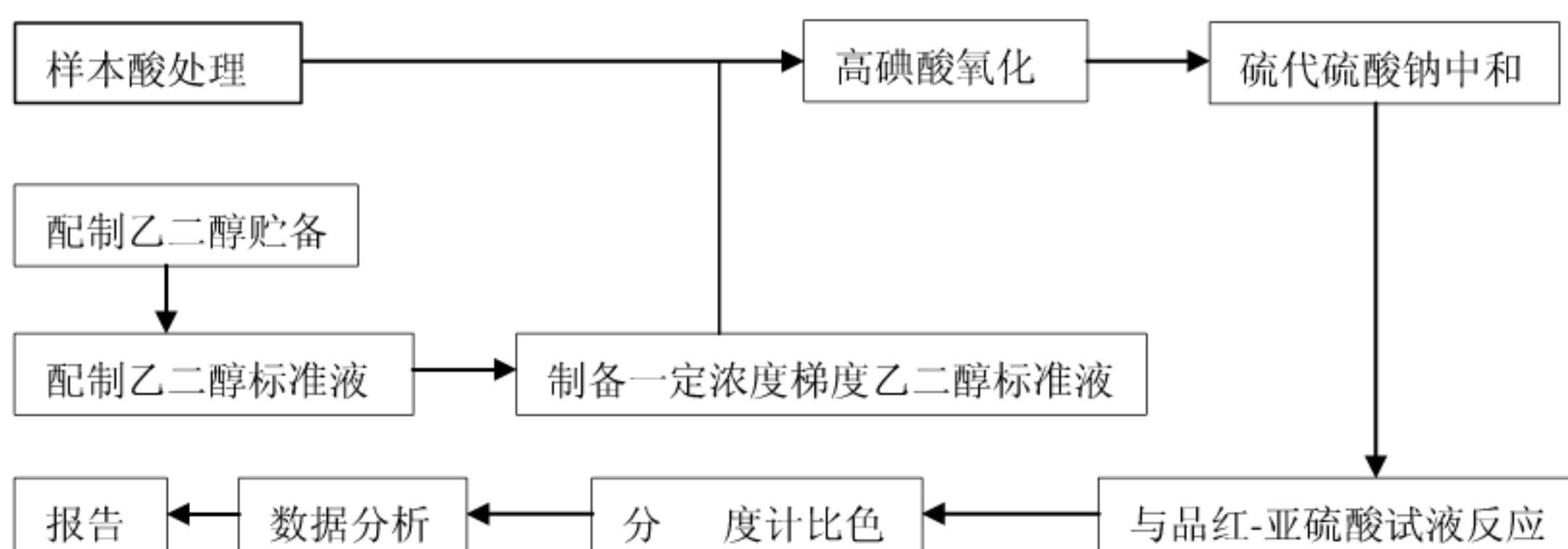
## 2. 适用范围:

本规定适用比色法测定 E0 量的实验操作。

## 3. 量比色法原理:

环氧乙烷在酸性条件下水解成乙二醇,乙二醇经高碘酸氧化成甲,甲与品红-亚硫酸试液反应产生紫红色化合物,通过比色分析可求得环氧乙烷含量。

## 4. 样本检测基本过程:



## 5. 各步操作规程:

### 5. 1 试剂配制:(以下用水均为实验用水)

- 1) 0.1mol/L 盐酸:移取 9mL 用水定容至 1000mL;
- 2) 0.5%高碘酸:称取高碘酸 0.5g 溶解于水,定容至 100mL;
- 3) 1%硫代硫酸钠溶液:称取硫代硫酸钠 1g 溶解于水,定容至 100mL;
- 4) 10%亚硫酸钠溶液:称取无水亚硫酸钠 10.0g 溶解于水,定容至 100mL;
- 5) 品红-亚硫酸溶液:称取品红 0.1g, 120mL 热水溶解,冷却后加入 10%亚硫酸钠溶液 20mL. 盐酸 2mL 置于暗处.溶液应无色,若发现有微红色,应重新配置。

### 6) 乙二醇贮备液的制备:

- a) 取 50mL 容量瓶加入约 30mL 水精确称重 W1, 加入 0.5mL 分析纯乙二醇,精确称重 W2。两次称重之差得到所加入的乙二醇质量 W, 加水至刻度,混匀。

- b) 乙二醇浓度计算: $c = (W/50) \times 1000$

### 7) 乙二醇标准液制备:将乙二醇贮备液 1:1000 稀释;

|                    |             |
|--------------------|-------------|
| 环氧乙烷残留量（比色法）检验操作规程 | 文件编号        |
|                    | 版本号:        |
|                    | 共 2 页 第 2 页 |

5.2 环氧乙烷标准曲线制备:

- 1)取六支纳氏比色管每支加入 2.0ml. 0.1 mol/L 的盐酸, 分别加入乙二醇 0mL, 0.5mL, 1.0mL、1.5mL、 2.0mL、2.5mL;每支比色管再加入 0.5%高碘酸 0.4mL, 室温放置 1h;
- 2)在纳氏比色管中滴加硫代硫酸钠至出现的黄色 好消失为 :各管中加入 0.2mL 品红-亚硫酸;用水稀释至 10.0mL, 室温放置 1h;
- 3) 560nm 测定吸 度值, 以空白液作参比;
- 4)制环氧乙烷标准曲线。

5.3 样品浸提方法:

5.3.1 使用浸提法:

同环氧乙烷残留量——GC 法检测中 5.2.1, 用 0.1 mol/l 盐酸作为浸提 质。

5.3.2 极 浸提法样品操作:

- 1)取样品上有代表性的部位, 取 5mm , 称取 2.0g 放入碘量瓶中, 同时量取 10mL0.1mol/L 稀盐酸, 室温放置 1h, 作为供试液。  
环氧乙烷在酸性环境下水解成乙二醇。
- 2)量取供试液 2mL 放入纳氏比色管, 加入 0.5%高碘酸 0.4mL, 室温放置 1h;  
乙二醇在高碘酸的作用下氧化成甲。
- 3)在纳氏比色管中滴加硫代硫酸钠至出现的黄色 好消失为;  
将多的高碘酸用硫代硫酸钠还原不下一步实验。
- 4)在纳氏比色管加入入 0.2mL 品红-亚硫酸, 用蒸馏水稀释至 10.0mL} 35℃~37℃条件下 放置 1h;
- 5) 560nm 测定吸 度值。
- 6)在环氧乙烷标准曲线卜得到样本水解后乙二醇的体积 V;

备注

样品操作环节 3)→5)可与标准曲线制备时的标样 1)→3)一起操作。

6. 计算结果:

环氧乙烷残留量用相对含量表示。

6.1 样品中环氧乙烷相对含量:

$$C_{EO} = 1.775 \cdot V \cdot c_1 \cdot 1000$$

$C_{EO}$  单位产品中环氧乙烷相对含量, 林眺;

V 一标准曲线上得出供应试液相应体积, mL;

$c_1$ —乙二醇标准溶液浓度, g/l。

6.2 对于容器 样品, 计算单位体积中环氧乙烷含量:

$$C_{EO} = 0.335 \cdot V \cdot c_1 \cdot 1000$$

$C_{EO}$ —样品中单位体积中环氧乙烷含量, mg/L;

V—标准曲线上得出供应试液相应体积, mL;

$c_1$ —乙二醇标准溶液浓度, g/l。

# 环氧乙烷残留量(比色法)检验原始记录

文件编号:

共 2 页 第 1 页

生产批号:

样品数量:

品 称规格:

检验环境:

检验依据:

检验日期:

实验原 录:

一、试剂:乙二醇(分析纯):0.1 mol/L 盐酸;0.5%高碘酸;硫代硫酸钠溶液;10%亚硫酸钠溶液:品红—亚硫酸溶液。

二、乙二醇贮备液的制备:

a)取 50mL 容量瓶加入适量蒸馏水 0.5mL 分析纯乙二醇，精确称重，得到所加入的乙二醇质量 W\_\_\_\_\_g:

b)50mL 容量瓶定容;

c)乙二醇浓度计算： $c=(W/50) \cdot 1000$  即  $c=(\text{_____}/50) \cdot 1000$  g/L。

三、乙二醇标准液制备:将乙二醇贮备液 1:1000 稀释:浓度  $c_1=留 L_0$

四、环氧乙烷标准曲线制备:

- 1)取六支纳氏比色管每支加入 2.0mL0.1 mol/L 的盐酸，分别加入乙二醇 0mL， 0.5mL， 1.0mL， 1.5mL， 2.0mL， 2.5mL:每支比色管再加入 0.5%高碘酸 0.4mL，室温 1h;
- 2)在纳氏比色管中滴加硫代硫酸钠至出现的黄色 好消失为 ；各管中加入 0.2mL 品红—亚硫酸；用蒸馏水稀释至 10.0mL，室温 1h;
- 3) 560nm 测定吸 度值;
- 4) 制环氧乙烷标准曲线(附图表)。

|               |  |  |  |  |  |
|---------------|--|--|--|--|--|
| 乙二醇体积<br>(ml) |  |  |  |  |  |
| 吸 值           |  |  |  |  |  |

五、样品环氧乙烷检测:

- 1) 称取样品 2 克，放入碘量瓶中，同时量取 10mL0.1mol/L 稀盐酸，室温放置 1h; 制

环氧乙烷残留量(比色法)检验原始记录

文件编号:

共 2 页 第 2 页

备供试液;

- 2) 量取供试液 2mL 放入纳氏比色管, 加入 0. 5%高碘酸 0. 4mL, 室温 1h。
- 3) 在纳氏比色管中滴加硫代硫酸钠至出现的黄色 好消失为 ;
- 4) 在纳氏比色管中加入 02mL 品红. 亚硫酸, 用蒸馏水稀释至 10. 0mL, 室温 1h:
- 5) 560nm 测定吸 度值。

6)结果计算

| 检品 称 | 吸 值 | 样本水解后乙二醇<br>的体积 V(ml) | 样本质量 m<br>(g) | 环氧乙烷含量<br>C <sub>EO</sub> ( μ g/g) | 平均值 C <sub>EO</sub><br>( μ g/g) |
|------|-----|-----------------------|---------------|------------------------------------|---------------------------------|
|      |     |                       |               |                                    |                                 |
|      |     |                       |               |                                    |                                 |
|      |     |                       |               |                                    |                                 |

校核:

检验:

## 氯化物测定 操作规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|           |             |
|-----------|-------------|
| 氧化物测定操作规程 | 文件编号        |
|           | 版本号:        |
|           | 共 2 页 第 1 页 |

## 1 目的:

为了检品本身或者由检品制备的供试液中所含氯化物的多少而制定本氯化物测定操作规程, 确保实验数据的准确、可靠:

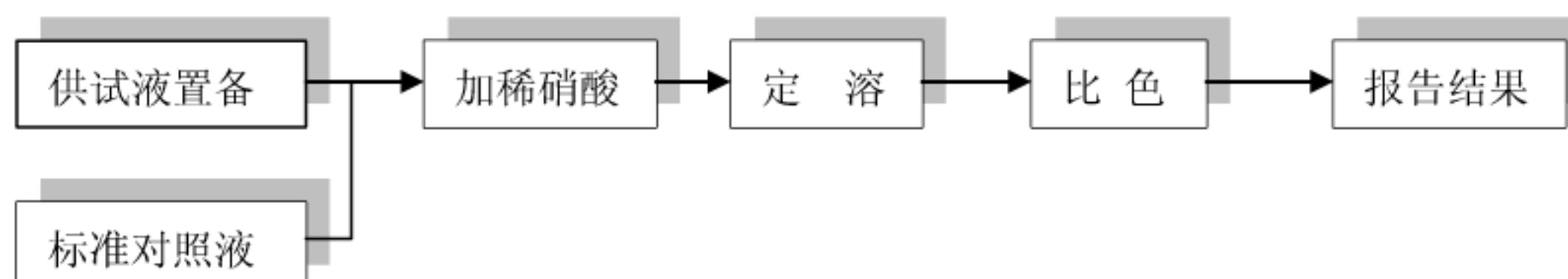
## 2 适用范围:

适用于氯化物测定的实验操作二

## 3 试验方法原理:

氯离子在酸性条件下与硝酸银反应生成氯化银沉淀。

## 4 检品检测流程:



## 5 试剂配置:

- 1) 氯化钠标准贮备液: 称取 110℃干燥恒重的氯化钠 0. 165g 置于容量瓶内加水适量, 使之溶解并稀释至 1000mL, 摇匀, 即得 100 g/mL 氯的标准贮备液;
- 2) 氯化钠标准溶液: 临用前精确量取氯化钠标准贮备液稀释至所需浓度;
- 3) 硝酸银溶液: 取硝酸银 1. 75g, 加水适量溶解并稀释至 100mL, 摇匀;
- 4) 稀硝酸: 取 105mL 硝酸, 用水稀释至 1000mL。

## 6 检测过程:

### 6.1 供试液的制备:

- 1) 检品按标准或产品相关标准进行制备供试液:
- 2) 取供试液 10mL, 加入 50mL 纳氏比色管中, 加 10mL 稀硝酸(溶液若不 清, 过滤, 滤液置于 50mL 纳氏比色管中), 加水使成约 40mL, 即得试验液;
- 3) 取 10mL 氯化钠标准溶液置另一 50mL 纳氏比色管中, 加 10mL 稀硝酸, 加水使成约 40mL, 摇匀, 即得标准对照液。

6.2 在上述 50mL 纳氏比色管中分别加入硝酸银溶液 1mL, 用水稀释至 50mL, 在暗处放置 5min, 置黑色仁比色管上方观察。供试液与标准对照液比浊。

|           |             |
|-----------|-------------|
| 氧化物测定操作规程 | 文件编号        |
|           | 版本号:        |
|           | 共 2 页 第 2 页 |

注:供试液 果带颜色,除另有安 外,可取供试液两份,分置 50mL 纳氏比色管中,一份中加入硝酸银溶液 1.0mL,摇匀,放置 1 0min, 浑浊,可反复过滤,至滤液完全 清,再加规定量的标准氯化钠溶液与水适量使成 50mL,摇匀,在暗处放置 5min. 作为对照液;另一份中加硝酸银试液 1. 0mL 与水适量使成 50mL,摇匀,在暗处放置 5min,按上述方法与对照溶液比较,即得。

## 7 结果与评价:

根据检测结果按照产品标准进行判定。

## 酸碱度(滴定法)试验 操作规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|                |             |
|----------------|-------------|
| 酸碱度（滴定法）试验操作规程 | 文件编号        |
|                | 版本号:        |
|                | 共 1 页 第 1 页 |

## 1 范围:

适用于本规程规定的酸碱度(滴定)试验方法。

## 2 依据:

GB/T 14233.1-2008 医用液、 、注 器 检验方法 第1部分:化学分析方法

## 3 供试液制备:

按照标准或产品相关标准进行制备供试液;同时、同条件制备空白样本。

## 4 实验过程:

1) 仪器:酸式(碱式)滴定管

2) 实验条件: 温度  $22 \pm 12^{\circ}\text{C}$  湿度 80%

3) 试液配制:

T s i r 指示剂:溶解 0.2g 甲基红和 0.1 g 亚甲基蓝于 100mL 乙醇中[95% (V/V)]

C( )0.1m /L 氢氧化钠标准溶液:按 GB601-2002 中 4.1 的规定配制及标定。

C( )0.01m /L 氢氧化钠标准溶液:临用前取 0.1m /L 氢氧化钠标准溶液加水稀释 10 倍。

C( C )0.1m /L 盐酸标准溶液: 按 GB601-2002 中 4.2 的规定配制及标定。

C( C )0.01m /L 盐酸标准溶液:临用前取 0.1m /L 盐酸标准溶液加水稀释 10 倍。

4) 步骤:

将 0.1mLT s i r 指示剂加入内有 20mL 供试液的滴瓶中。 果溶液颜色呈紫色, 则用

氢氧化钠标准溶液[( )0.01m /L]滴定; 果呈绿色, 则用盐酸标准溶液

[(C)0.01m /L]滴定:直至 现浅 色。

报告所用氢氧化钠溶液或盐酸溶液的体积, 以 mL 为单位。

## 5 结果判定:

指示剂颜色变 色所需的 一种标准溶液应不超过标准规定的要求。

## 酸碱度(酸碱度计)检测 操作规程

|       |       |
|-------|-------|
| 编 号   | _____ |
| 版 本 号 | _____ |
| 生效日期  | _____ |
| 起 草   | _____ |
| 审 核   | _____ |
| 批 准   | _____ |

XXXX 公司

|                  |             |
|------------------|-------------|
| 酸碱度（酸碱度计法）检测操作规程 | 文件编号        |
|                  | 版本号:        |
|                  | 共 3 页 第 1 页 |

1、目的:

为了检测液体样本或其样本的供试液酸碱度，本试验采用酸度离子测定仪[[pH 计 (pHXX )]]进行检测；以评价产品本身或溶出液存在的 性

为了确保实验数据的准确、可靠，制定本管理操作规程。

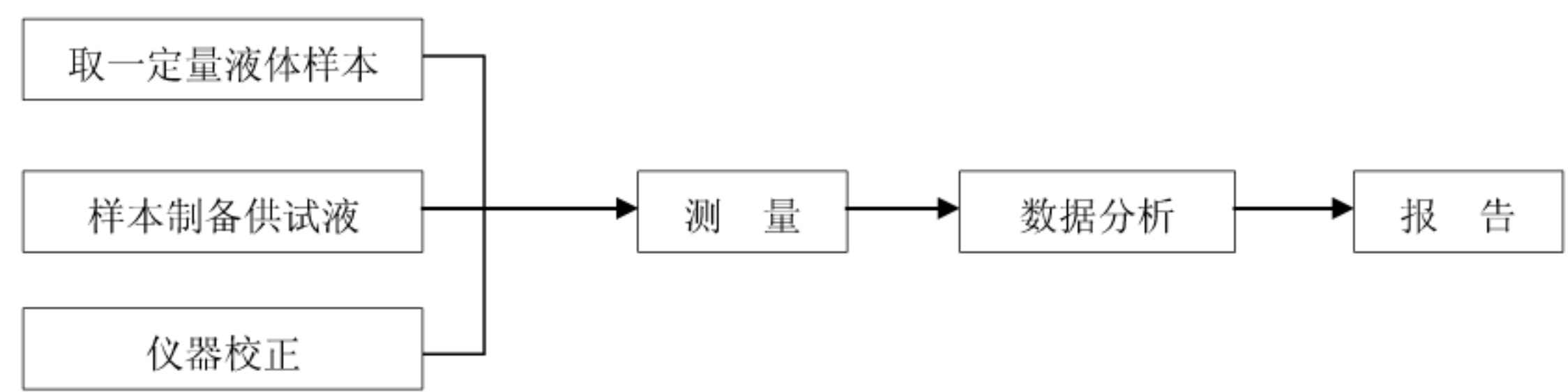
2、适用范围:

本规定适用于酸度离子测定仪[PH 计 (pHXX )]测定待检样本或其供试液的酸碱度的实验操作。

3、试验方法:

3.1 pH 计测定法:

3.1.1 样本检测基本过程:



3.1.2 实验注意点(本实验室仪器型号为:PHXX 并以 为例，下同):

- 3.1.2.1 使用前确保与使用环境相符合，pH 电极 部的玻璃 对静电分敏，尽量 。操作时可 上 ESD 带以 静电对电极带 的干 ；
- 3.1.2.2 使用者对仪器的 更改 可能 EMC 的性能；
- 3.1.2.3 不要在微 炉内进行测量以 引起 ；
- 3.1.2.4 不要用蒸馏水或 离子水保存或者浸 电极；
- 3.1.2.5 果读数偏差大(±1pH)，则是由于 有校正或电极变干。

3.1.3 检测基本过程:

- 3.1.3.1 确保仪器测量前，以确保仪器在已知的样品测量范围的校正液中校准过；

|                  |             |
|------------------|-------------|
| 酸碱度（酸碱度计法）检测操作规程 | 文件编号        |
|                  | 版本号:        |
|                  | 共 3 页 第 2 页 |

- 3.1.3.2 按 ON/OFF 开关仪器，仪器自动进行 pH 测量；
- 3.1.3.3 将电极和温度 浸入待测水样 （4cm），停留 分 电极读数 定；
- 3.1.3.4 pH 值第一 示(大字)，温度第二 示(小字)；
- 3.1.3.5 用 pH211 可以通过按 RANGE 读 mv 值，可进行各种离子测量；
- 3.1.3.6 仪器已测过 中不同的样品溶液，用自 水清洗或在插入样品溶液前，用待测样品清洗电极：
- 3.1.3.7 温度 pH 值的读数，为测量准确的 pH 值，温度要在合适的范围内进行自动补 ，用 HI7669/2W 温度 浸入样品液中，靠电极并停留 分，果被测溶液的温度已知或测量是在相同温度下进行，只需 动补 ， 时温度 是不用 接，上 示温度读数 有℃ 号 ；
- 3.1.3.8 用一支或一个准确的参 温度计录样品溶液的温度；
- 3.1.3.9 温度可用“▲℃”或“▼℃”调节。

#### 3.1.4 结果与评价：

根据测量结果按照企业标准或其相关产品标准进行判定并报告。

#### 3.2 滴定法：

##### 1 试液配制和仪器：

1) 仪器：酸式(碱式)滴定管

2) 实验条件：温度  $22 \pm 12^{\circ}\text{C}$  湿度  $< 80\%$

##### 3) 试液配制：

Tashiro 指示剂：溶解 0.2g 甲基红和 0.1g 亚甲基蓝于 100mL 乙醇中[95% (V/N)]

$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$  氢氧化钠标准溶液：按 GB601-2002 中 4.1 的规定配制及标定。

$c(\text{NaOH}) = 0.01 \text{ mol/L}$  氢氧化钠标准溶液：临用前取 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液加水稀释 10 倍。

$c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$  盐酸标准溶液：按 GB60-2002 中 4.2 的规定配制及标定。

$c(\text{HCl}) = 0.01 \text{ mol/L}$  盐酸标准溶液：临用前取 0.1mol/L 盐酸标准溶液加水稀释 10 倍。

|                  |             |
|------------------|-------------|
| 酸碱度（酸碱度计法）检测操作规程 | 文件编号        |
|                  | 版本号:        |
|                  | 共 3 页 第 3 页 |

### 3.2 试验步骤:

将 0.1mL Tashiro 指示剂加入内有 20 mL 供试液的滴瓶中。 果溶液颜色呈紫色，则用氢氧化钠标准溶液[ $C(\text{NaOH}) = 0.01\text{mol/L}$ ]滴定： 果呈绿色，则用盐酸标准溶液[[ $C(\text{HCl}) = 0.01\text{mol/L}$ ]滴定:直至 现浅 色。

报告所用氢氧化钠溶液或盐酸溶液的体积，以毫升为单位。

#### 3.2.3 结果判定:

指示剂颜色变 色所需的 一种标准溶液应不超过标准规定的要求。

# 酸碱度检验原始记录

文件编号:

共 2 页 第 1 页

检验编号:

生产批号:

样品数量:

样品 称:

检验环境:

检验依据:

检验日期:

实验原 录:

## 1、样品供试液的制备:

按照样品企业标准\_\_\_\_\_或产品相关标准  
进行制备供试液:称取样本\_\_\_\_\_g, 用\_\_\_\_\_ml 实验用水浸提  
h, 或用\_\_\_\_\_方法进行制备;同  
时、同条件制备空白样本。

## 2、确保仪器测量前, 以确保仪器在已知的样品测量范围的校正液中校准过;

校准 1:7.01;

校准 2:4.00。

## 3、按 ON/OFF 开关仪器, 仪器自动进行 pH 测量;

## 4、将电极和温度 浸入待侧水样 (4cm ), 停留 分 电极读数 定:

## 5、pH 值第一 示(大字), 温度第二 示(小字);

## 6、仪器测过前一溶液后, 在侧试后一溶液前, 用实验用水清洗电极。

## 7、温度 PH 值的读数, 为测量准确的 pH 值, 温度要在合适的范围内进行自动补 ，用 HI7669/2W 温度 浸入样品液中, 靠电极并停留 分 。

## 8、结果:

校核人:

检验人:

# 酸碱度检验原始记录

文件编号:

## (滴定法)

|       |   |         |      |       |  |
|-------|---|---------|------|-------|--|
| 检验编号: |   | 样品 称规格: |      |       |  |
| 生产批号: |   | 样品数量:   |      | 检验日期: |  |
| 检验依据: |   |         |      |       |  |
| 检验环境  | ℃ | %RH     | 检测仪器 |       |  |

实验原 录:

1、样品供试液的制备:

将样品\_\_\_\_\_

方法进行制备;同时、同条件制备空白样本。

2、步骤:

将 0.1mLT sir 指示剂加入内有 20mL 供试液的滴瓶中。 果溶液颜色呈紫色, 则用  
氢氧化钠标准溶液[( )0. 01mol/L]滴定: 果呈绿色 , 则用盐酸标准溶液  
[(C) 0. 01mol/L]滴定; 直至 现浅 色。

3、报告所用氢氧化钠溶液或盐酸溶液的体积, 以毫升为单位。

4、结果:

所用的标准溶液:\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

空白:(1):\_\_\_\_\_ (2): \_\_\_\_\_ 平均: \_\_\_\_\_

样品:(1):\_\_\_\_\_ (2): \_\_\_\_\_ 平均: \_\_\_\_\_

校核人:

检验人:

蒸发残渣检测  
操作规程

|      |     |       |
|------|-----|-------|
| 编    | 号   | _____ |
| 版    | 本 号 | _____ |
| 生效日期 |     | _____ |
| 起    | 草   | _____ |
| 审    | 核   | _____ |
| 批    | 准   | _____ |

XXXX 公司

|            |             |
|------------|-------------|
| 蒸发残渣检测操作规程 | 文件编号        |
|            | 版本号:        |
|            | 共 2 页 第 1 页 |

1 目的:

为了检测样本本身或者由样本制备的供试液中不溶性物质或不发而结晶的物质的多少，制定本操作规程以确保实验数据的准确、可靠。

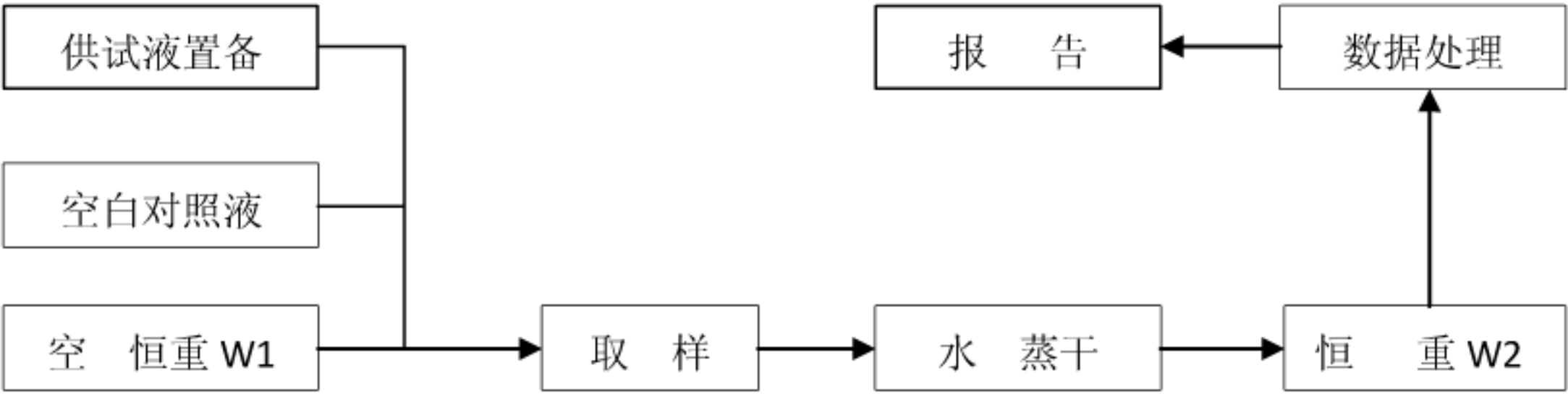
2 适用范围:

适用于蒸发残渣检测的实验操作。

3 本试验方法原理:

液体样本在一定温度下液体发有不溶物或可溶析出，恒重后得到其重量的多少。

4 样本检测基本过程:



5 仪器 备:

恒温箱、水 、蒸发 、分析天平等。

6 检测过程:

6. 1 供试液的制备:

3)按照样品企业标准或产品相关标准进行制备供试液;

4)同时、同条件制备空白样本。

6. 2 过程:

1)蒸发 预先在 105℃干燥恒重，精确称重;

2)取制备好的供试液 50mL 于恒重过的蒸发 中;

3)加样后的蒸发 在水 上蒸干;

4)蒸干后的蒸发在 105℃干燥恒重，精确称重;

5)同时 空白对照。

|            |             |
|------------|-------------|
| 蒸发残渣检测操作规程 | 文件编号        |
|            | 版本号:        |
|            | 共 2 页 第 2 页 |

7 结果计算与评价:

7.1 计算公式:

$$W=[W_{12}-W_{11})-(W_{02}-W_{01})] \times 1000$$

W——蒸发残渣的质量， 呻 ‘

W<sub>11</sub>—未加入检验液的蒸发 质量， g

W<sub>12</sub>—加入检验液的蒸发 质量， g

W<sub>01</sub>—未加入空白液的蒸发 质量， g

W<sub>02</sub>—加入空白液的蒸发 质量 ， g

7.2 评价:根据测量结果按照其相关产品标准进行判定。

重金属含量检测  
操作规程

|   |   |       |
|---|---|-------|
| 编 | 号 | _____ |
| 版 | 本 | 号     |
| 生 | 效 | 日期    |
| 起 | 草 | _____ |
| 审 | 核 | _____ |
| 批 | 准 | _____ |

XXXX 公司

|             |         |
|-------------|---------|
| 重金属含量检测操作规程 | 文件编号    |
|             | 版本号:    |
|             | 共 页 第 页 |

1 目的:

本实验检测样本本身或由样本制备的供试液中可溶性重金属 :铅、铬、 、 锌等的含量, 判定该产品是否符合其企业标准或相关标准。为了确保实验数据的准确、可靠, 制定本管理操作规程。

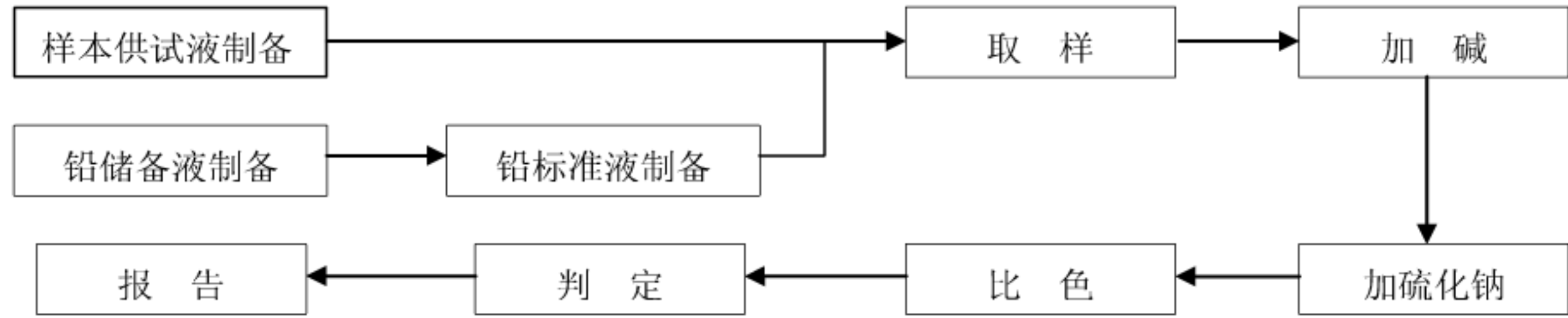
2 适用范围:

本规定适用比色法测定可溶性重金属含量的实验操作。

3 本试验方法原理:

在碱性溶液中, 铅、铬、 、 锌等重金属能与硫化钠作用生成不溶性有色硫化物。以铅为代表制各标准溶液进行比色, 测定重金属的 含量。

4 样本检测基本过程:



5 各步操作规程:

5.1 溶液配制:

- 1) 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 4.3g, 加水溶解至 100mL, 即得。
- 2) 硫化钠溶液:称取硫化钠 1.0g, 加水溶解至 10mL, 即得。
- 3) 铅标准贮备液:称取 110℃干燥恒重的硝酸铅 0.1598g 置 1000mL 容量瓶中加硝酸 5mL 与水 50mL, 溶解后用水稀释至刻度, 摇匀, 作为标准贮备液, 铅的浓度为 100 μ g/mL。
- 4) 铅标准溶液:临用前, 精确量取铅标准贮备液稀释至所需浓度。

5.2 试验步骤:

- 1) 取 1 支 50mL 纳氏比色管加入铅标准溶液 1mL, 加水稀释至 50mL, 另取 1 支 50mL 纳氏比色管加入由样本制备的供试液 50mL。
- 2) 在纳氏比色管中加入氢氧化钠 5mL, 摇匀。

|             |                        |
|-------------|------------------------|
| 重金属含量检测操作规程 | 文件编号                   |
|             | 版本号:                   |
|             | 共      页      第      页 |

3) 在纳氏比色管中加入硫化钠 5 滴，摇匀。

4) 在白色      下      上方观察，比较颜色深浅，得出结果。

#### 6. 结果与评价:

根据测量结果按照企业标准或其相关产品标准进行判定并报告。

|                                       |     |
|---------------------------------------|-----|
| 第五章 化学检测记录范例 .....                    | 117 |
| 范例 1、还原物质（间接法）检测记录 .....              | 119 |
| 范例 2、重金属含量检测记录（适用于输液器检测） .....        | 120 |
| 范例 3、输液器还原物质（间接法）检测记录（适用于输液器检测） ..... | 121 |
| 范例 4、输液器酸碱度（滴定）检测记录（适用于输液器检测） .....   | 122 |
| 范例 5、输液器重金属含量检测记录（适用于输液器检测） .....     | 123 |
| 范例 6、还原物质（直接法）检测记录 .....              | 124 |
| 范例 7-1、不锈钢针管耐腐蚀性检测记录 .....            | 125 |
| 范例 7-2、耐腐蚀性检测原始记录 .....               | 126 |
| 范例 7-3、不锈钢针管耐腐蚀性检测原始记录 .....          | 127 |
| 范例 8、重金属含量检测记录 .....                  | 128 |
| 范例 9、还原物质（间接法）检测记录 .....              | 129 |
| 范例 10、还原物质（直接法）检测记录 .....             | 130 |
| 范例 11、耐腐蚀性检测原始记录 .....                | 131 |
| 范例 12、氯化物含量检测记录 .....                 | 132 |
| 范例 13、酸碱度（仪器法）检测记录 .....              | 133 |
| 范例 14、蒸发残渣检测记录 .....                  | 134 |
| 范例 15-1、重金属含量检测记录-1 .....             | 135 |
| 范例 15-2、重金属含量检测记录-2 .....             | 136 |
| 范例 16、紫外吸光度原始记录 .....                 | 137 |

操作规程  
化学检测记录范例

|   |   |       |
|---|---|-------|
| 编 | 号 | _____ |
| 版 | 本 | 号     |
| 生 | 效 | 日期    |
| 起 | 草 | _____ |
| 审 | 核 | _____ |
| 批 | 准 | _____ |

XXXX 公司

还原物质（间接法）检测记录

|       |  |       |   |      |     |
|-------|--|-------|---|------|-----|
| 检验编号: |  | 样品名称: |   | 产品规格 |     |
| 生产批号: |  | 样品数量: |   |      |     |
| 检验依据: |  |       |   |      |     |
| 检测仪器: |  | 检验环境: | ℃ |      | %RH |

实验原始记录：

1、试剂：

- 20%的稀硫酸
- $C(1/5KmnO_4) = 0.1008mol/L$
- $C(1/5KmnO_4) = 0.1008mol/L$  溶液稀释 10 倍
- 淀粉指示液
- $C(Na_2S_2O_3) = 0.05mol/L$
- $C(Na_2S_2O_3) = 0.05mol/L$  溶液稀释 10 倍

注： $C(1/5KmnO_4) = 0.1008mol/L$  编号 0602， $C(Na_2S_2O_3) = 0.05mol/L$  编号 0505 由国家标准物质研究中心提供的成品标准物质。

2、试验步骤：

1) 供试液的制备

将样品三套与玻璃瓶连成一循环系统，加 250ml 实验用水，30℃以 1L/h 流量循环 2h 方法进行制备供试液；同时、同条件制备空白样本。（供试液制备两个平行组进行试验）

- 2) 取碘量瓶分别加入样品供试液、空白对照 10mL，每样 2 份；
- 3) 在各碘量瓶中加入 1.0mL 高锰酸钾标准溶液；
- 4) 在各碘量瓶中加入 1.0mL (1mol/L 的稀硫酸)；
- 5) 振摇并让其在室温下反应 15min；
- 6) 各碘量瓶中加入 0.1g 碘化钾；
- 7) 用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色，加入 5 滴淀粉指示液，继续滴定至兰色刚好消失，得到硫代硫酸钠标准溶液所用的体积  $V_s$ ；
- 8) 同法得到空白样本消耗硫代硫酸钠标准溶液体积  $V_0$ 。

3、结果

|       | 样本 1 | 样本 2 | 样本 3 |
|-------|------|------|------|
| $V_s$ |      |      |      |
| $V_0$ |      |      |      |

4、数据处理：

还原物质量以消耗的高锰酸钾标准溶液的量表示，计算公式： $V = (V_0 - V_s) C_s / C_0$

本次实验结果  $V = [ ( \quad - \quad ) \times \quad ] / \quad$   
 $V =$

校核人：

检验人：

重金属含量检测记录

|      |  |      |   |      |     |
|------|--|------|---|------|-----|
| 检验编号 |  | 样品名称 |   | 产品规格 |     |
| 生产批号 |  | 样品数量 |   | 检验日期 |     |
| 检验依据 |  |      |   |      |     |
| 检测仪器 |  | 检验环境 | ℃ |      | %RH |

实验原始记录

1、溶液配制：

酚酞指示液：取 1g 酚酞，加乙醇 100mL；

乙酸盐缓冲液 (pH3.5 ) 取乙酸钠 25g，加水 25mL 溶解后，加盐酸液 (7mol/L) 38mL，用盐酸液 ( 2mol/L) 或氨溶液 (5mol/L) 准确调节 pH3.5 (电位法指示)，用水稀释至 100mL，即得；

硫代乙酰胺试液：取硫代乙酰胺 4g，加水使溶解成 100mL，置冰箱中保存。临用前取混合液 [由氢氧化钠 (1mol/L) 15mL、水 5.0mL 及甘油 20mL 组成] 5.0mL，加上述硫代乙酰胺溶液 1.0mL，置水浴上加热 20s，冷却，立即使用；

铅标准贮备液 (100 μ g/mL)；

铅标准溶液 (铅标准贮备液用时稀释到需要浓度)。

2、试验步骤：

1) 供试液制备：

将样品三套与玻璃瓶连成一循环系统，加 250ml 实验用水，37℃ 以 1L/h 流量循环 2h 方法进行制备供试液；同时、同条件制备空白样本。（供试液制备两个平行组进行试验）

2) 取制备好的检验液 10mL 于 10ml 纳氏比色管中，另取一 10mL 纳氏比色管，加入铅标准液 1mL，用空白液稀释至 10mL，于上述两只比色管中分别加入乙酸盐缓冲液 (pH3.5 ) 各 2ml，再分别加入硫代乙酰胺试液各 2mL，摇匀，放置 2min。

3、结果

在白色背景下从上方观察，比较颜色深浅，得出结果：

样品管 1 颜色  深于  浅于 对照管颜色。

样品管 2 颜色  深于  浅于 对照管颜色。

校核人：

检验人：

输液器还原物质(间接法)检测记录

|       |  |       |   |      |     |
|-------|--|-------|---|------|-----|
| 检验编号: |  | 样品名称: |   | 产品规格 |     |
| 生产批号: |  | 样品数量: |   |      |     |
| 检验依据: |  |       |   |      |     |
| 检测仪器: |  | 检验环境: | ℃ |      | %RH |

实验原始记录：

1、试剂：

- 20%的稀硫酸
- C (1 /5KmnO<sub>4</sub>) =0. 1008mol/L
- C (1 /5KmnO<sub>4</sub>) =0. 1008mol/L 溶液稀释 10 倍
- 淀粉指示液
- C (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)=0. 05mol/L
- C (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)=0. 05mol/L 溶液稀释 10 倍

注:C (1 /5KmnO<sub>4</sub>) =0. 1008mo1/L 编号 0602， C (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) =0. 05mo1/L 编号 0505 由国家标准物质研究中心提供的成品标准物质。

2、试验步骤：

1) 供试液的制备

将样品三套与玻璃瓶连成一循环系统，加 250ml 实验用水，30℃以 1L/h 流量循环 2h 方法进行制备供试液；同时、同条件制备空白样本。（供试液制备两个平行组进行试验）

- 2)取碘量瓶分别加入样品供试液、空白对各 10mL，每样 2 份；
- 3)在各碘量瓶中加入 1 0mL 高锰酸钾标准溶液；
- 4)在各碘量瓶中加入 1. 0mL （1mol/L 的稀硫酸）；
- 5)振摇并让其在室温下反应 15min；
- 6)各碘量瓶中加入 0. 1g 碘化钾；
- 7)用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色，加入 5 滴淀粉指示液，继续滴定至兰色刚好消失，得到硫代硫酸钠标准溶液所用的体积 V<sub>s</sub>；
- 8)同法得到空白样本消耗硫代硫酸钠标准溶液体积 V<sub>0</sub>。

3、结果

|                |      |      |      |
|----------------|------|------|------|
|                | 样本 1 | 样本 2 | 样本 3 |
| V <sub>s</sub> |      |      |      |
| V <sub>0</sub> |      |      |      |

4、数据处理：

还原物质量以消耗的高锰酸钾标准溶液的量表示，计算公式:V=(V<sub>0</sub>-V<sub>s</sub>)C<sub>s</sub>/C<sub>0</sub>  
本次实验结果 V=[（\_\_\_\_\_ - \_\_\_\_\_）× \_\_\_\_\_]/\_\_\_\_\_  
V=\_\_\_\_\_

校核人：

检验人：

输液器酸碱度(滴定)检测记录

|       |   |       |       |      |  |
|-------|---|-------|-------|------|--|
| 检验编号: |   | 样品名称: |       | 产品规格 |  |
| 生产批号: |   | 样品数量: |       |      |  |
| 检验依据: |   |       |       |      |  |
| 检验环境: | ℃ | %RH   | 检测仪器: |      |  |

实验原始记录：

- 1、样品供试液的制备：  
将样品\_\_\_\_\_方法进行制备；同  
时、同条件制备空白样本。
- 2、步骤：  
将 0.1mLTashiro 指示剂加入内有 20ml. 供试液的滴瓶中。如果溶液颜色呈紫色，则用氢氧化钠标准溶液[c (NaOH)=0.01mol/L]滴定； 如果呈绿色， 则用盐酸标准溶液[c (HCl)=0.01mol/L]滴定；直至显现浅灰色。
- 3、报告所用氢氧化钠溶液或盐酸溶液的体积，以毫升为单位。
- 4、结果：  
所用的标准溶液：\_\_\_\_\_

空白：(1)：\_\_\_\_\_ (2)：\_\_\_\_\_平均：\_\_\_\_\_

样品：(1)：\_\_\_\_\_ (2)：\_\_\_\_\_平均：\_\_\_\_\_

两者之差：

校核人：

检验人：

输液器重金属含量检测记录

|       |  |       |   |      |     |
|-------|--|-------|---|------|-----|
| 检验编号: |  | 样品名称: |   | 产品规格 |     |
| 生产批号: |  | 样品数量: |   |      |     |
| 检验依据: |  |       |   |      |     |
| 检测仪器: |  | 检验环境: | ℃ |      | %RH |

实验原始记录

1、溶液配制：

酚酞指示液:取 1g 酚酞，加乙醇 100mL；

乙酸盐缓冲液(pH3.5 )取乙酸钠 25g，加水 25mL 溶解后，加盐酸液(7mol/L) 38mL，用盐酸液（ 2mol/L)或氨溶液(5mol/L)准确调节 pH3.5 (电位法指示)，用水稀释至 100mL，即得；

硫代乙酰胺试液:取硫代乙酰胺 4g，加水使溶解成 100mL，置冰箱中保存。临用前取混合液[由氢氧化钠(1mol/L)15mL、水 5.0mL 及甘油 20mL 组成]5.0mL，加上述硫代乙酰胺溶液 1.0mL，置水浴上加热 20s，冷却，立即使用；

铅标准贮备液(100 μ g/mL)；

铅标准溶液(铅标准贮备液用时稀释到需要浓度)。

2、试验步骤：

1) 供试液制备：

将样品三套与玻璃瓶连成一循环系统，加 250ml 实验用水，37℃以 1L/h 流量循环 2h方法进行制备供试液；同时、同条件制备空白样本。（供试液制备两个平行组进行试验）

2) 取制备好的检验液 10mL 于 10ml 纳氏比色管中，另取一 10mL 纳氏比色管，加入铅标准液 1mL，用空白液稀释至 10mL，于上述两只比色管中分别加入乙酸盐缓冲液(pH3.5 )各 2ml，再分别加入硫代乙酰胺试液各 2mL，摇匀，放置 2min。

3、结果

在白色背景下从上方观察，比较颜色深浅，得出结果：

样品管 1 颜色  深于  浅于 对照管颜色。

样品管 2 颜色  深于  浅于 对照管颜色。

校核人：

检验人：

## 还原物质（直接法）检测记录

|      |   |      |      |      |     |
|------|---|------|------|------|-----|
| 检验编号 |   | 样品名称 |      | 产品规格 |     |
| 生产批号 |   | 样品数量 |      |      |     |
| 检验依据 |   |      | 检验环境 | ℃    | %RH |
| 检测仪器 | / |      |      |      |     |

实验原始记录:

## 1、试剂:

- 20%的稀硫酸
- 0.05mol/L 草酸钠溶液
- $C(1/5\text{KmnO}_4)=0.1008\text{mol/L}$
- $C(1/5\text{KmnO}_4)=0.1008\text{mol/L}$  溶液稀释 10 倍
- $C(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.05\text{mol/L}$
- $C(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.05\text{mol/L}$  溶液稀释 10 倍

注:  $C(1/5\text{KmnO}_4)=0.1008\text{mol/L}$  编号 0602, 由国家标准物质研究中心提供的成品标准物质。

## 2、试验步骤:

## 1) 供试液的制备

将样品\_\_\_\_\_方

法进行制备供试液; 同时、同条件制备空白样本。(供试液制备两个平行组进行试验)

2) 取碘量瓶分别加入样品供试液、空白对各 10mL, 每样 2 份;

3) 在各碘量瓶中加入 5.0mL20%的稀硫酸;

4) 在各碘量瓶中加入 3mL 高锰酸钾标准溶液;

5) 加热至沸并保持微沸 10min, 稍冷后精确加入 0.005mol/L 的草酸钠溶液 5.0mL, 置于水浴上加  
热至  $75^\circ\text{C}\sim 80^\circ\text{C}$ ;6) 用规定浓度的高锰酸钾标准溶液滴定至显微红色, 并保持 30s 不褪色为终点; 得到高锰酸钾标  
准溶液所用的体积  $V_s$ ;8) 同法得到空白样本消耗高锰酸钾标准溶液体积  $V_0$ 。

## 3、结果

|       | 样本 1 | 样本 2 | 平均 |
|-------|------|------|----|
| $V_s$ |      |      |    |
| $V_0$ |      |      |    |

## 4、数据处理:

还原物质量以消耗的高锰酸钾标准溶液的量表示, 计算公式:  $V=(V_s - V_0)C_s/C_0$ 本次实验结果  $V=[( \quad - \quad ) \times \quad ] / \quad$  $V=$ 

校核人:

检验人:

不锈钢针管耐腐蚀性检测记录

(柠檬酸溶液法)

|       |   |       |   |      |  |
|-------|---|-------|---|------|--|
| 检验编号: |   | 样品名称: |   | 产品规格 |  |
| 生产批号: |   | 样品数量: |   |      |  |
| 检验依据: |   |       |   |      |  |
| 检测日期: |   | 检验环境: | ℃ | %RH  |  |
| 检测仪器: | / |       |   |      |  |

实验原始记录:

1、溶液配制:100g/L 柠檬酸溶液(100g 柠檬酸稀释至 1000mL)

2、试验步骤:

取\_\_\_\_\_样品去除保护套

浸没在柠檬酸溶液中，室温下保持 5h，然后取出样品，用蒸馏水

或去离子水冲洗，再放入沸水烧杯中煮沸 30min，接着样品在试验水中冷却，室温保持 48h，然后取出样品并干燥，目力检查腐蚀痕迹。

3、结果:

|    |   |   |   |   |   |   |   |   |
|----|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| 结果 |   |   |   |   |   |   |   |   |

注： 打√表示合格  
打×表示不合格

校核人:

检验人:

耐腐蚀性检测原始记录

|       |   |       |   |     |
|-------|---|-------|---|-----|
| 检验编号: |   | 样品名称: |   |     |
| 生产批号: |   | 样品数量: |   |     |
| 检验依据: |   |       |   |     |
| 检测日期: |   | 检验环境: | ℃ | %RH |
| 检测仪器: | / |       |   |     |

实验原始记录:

- 1、溶液配制:c (NaCl) =0.5mol/L
- 2、试验步骤:
- 取\_\_\_\_\_样品去除保护套浸没在氯化钠溶液中，23℃± 2℃下保持?h，然后取出样品，用蒸馏水或去离子水冲洗，然后取出样品并干燥，目力检查腐蚀痕迹。
- 3、结果:

|    |   |   |   |   |   |   |   |   |
|----|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| 结果 |   |   |   |   |   |   |   |   |

注： 打√表示合格  
打×表示不合格

校核: 检验:

不锈钢针管耐腐蚀性检测原始记录

|       |          |       |   |      |  |
|-------|----------|-------|---|------|--|
| 检验编号: |          | 样品名称: |   | 产品规格 |  |
| 生产批号: |          | 样品数量: |   |      |  |
| 检验依据: | GB 18457 |       |   |      |  |
| 检测日期: |          | 检验环境: | ℃ | %RH  |  |
| 检测仪器: | /        |       |   |      |  |

实验原始记录：

1、配制检验液：

用符合 GB/T6682 标准中 3 级水要求的蒸馏水或去离子水。配制 c (NaCl)=0.5 mol/L(分析纯试剂)溶液。

2、试验步骤：

将一支针管放入盛有 23℃±2℃的氯化钠溶液(检验液)的玻璃器皿中，使针管的一半长度浸入溶液中。并保持溶液和针管在 23℃±2℃放置 7h±5 min。取出针管用蒸馏水或去离子水漂洗并干燥，用正常视力或矫正视力对浸泡和未浸泡部位观察比较，有否由浸泡而导致的腐蚀痕迹。

3、结果：

:

校核：

检验

重金属含量检测记录

|       |   |       |   |      |  |
|-------|---|-------|---|------|--|
| 检验编号: |   | 样品名称: |   | 产品规格 |  |
| 生产批号: |   | 样品数量: |   |      |  |
| 检验依据: |   |       |   |      |  |
| 检测日期: |   | 检验环境: | ℃ | %RH  |  |
| 检测仪器: | / |       |   |      |  |

实验原始记录

1、溶液配制:

酚酞指示液:取 1g 酚酞, 加乙醇 100mL;

乙酸盐缓冲液(pH3.5 )取乙酸钱 25g, 加水 25mL 溶解后, 加盐酸液(7mol/L) 38mL, 用盐酸液 ( 2mol/L)或氨溶液(5mol/L)准确调节 pH3.5(电位法指示), 用水黛稀释至 100mL, 即得;

硫代乙酸胺试液:取硫代乙酞胺 4g, 加水使溶解成 100mL, 置冰箱中保存。临用前取混合液[由氢氧化钠(1mol/L)15mL、水 5.0mL 及甘油 20mL 组成]5.0mL, 加上述硫代乙酞胺溶液 1.0mL, 置水浴上加热 20s, 冷却, 立即使用;

铅标准贮备液(100 μ g/mL);

铅标准溶液(铅标准贮备液用时稀释到需要浓度)。

2、试验步骤:

1) 供试液制备:

取样品(1)\_\_\_\_\_、样品(2)\_\_\_\_\_ 切成 5mm×5mm 碎片, 各放入瓷坩埚内, 缓缓加热使之炭化, 冷却后加入 2mL 硝酸及 5 滴硫酸, 加热至白烟消失为 I}o 再在 500℃~550℃灼烧使之灰化, 冷却后加入 2mL 盐酸置水浴上蒸干, 加 3 滴盐酸湿润残留物 , 再加 10mL 水 , 加热 2min . 加酚酞试液一滴, 再滴入氨试液至上述溶液变成微红色为止。加乙酸盐缓冲液( pH3.5 ) 2mL(如浑浊, 过滤, 再用 10mL 水洗涤沉淀), 将溶液转移至 50mL 容量瓶中, 加水使成 50mL 检验液。

将加入 2ml 硝酸、5 滴硫酸及 2mL 盐酸的另一瓷坩埚置于水浴上使之蒸干, 再用 3 滴盐酸湿润残留物。以下操作和检验液的制备方法相同, 使之成为空白对照液。

2) 取 50ml 检验液加入 50ml 纳氏比色管中 , 另取 1mL 铅标准溶液加入另一 50ml 纳氏比色管中, 加空白对照液至 50mL, 在两只比色管中各加入 2mL 硫代乙酞胺试液, 摇匀, 放置 2min。

3、结果

在白色背景下从上方观察, 比较颜色深浅, 得出结果:

样品管 1 颜色 ☐ 深于 ☐ 浅于 对照管颜色。

样品管 2 颜色 ☐ 深于 ☐ 浅于 对照管颜色。

校核:

检验:

## 还原物质（间接法）检测记录

|       |   |       |       |       |     |
|-------|---|-------|-------|-------|-----|
| 检验编号: |   | 样品名称: |       | 产品规格  |     |
| 生产批号: |   | 样品数量: |       | 检测日期: |     |
| 检验依据: |   |       | 检验环境: | ℃     | %RH |
| 检测仪器: | / |       |       |       |     |

实验原始记录:

## 1、试剂:

- 20%的稀硫酸
- $C(1/5\text{KmnO}_4)=0.1010\text{mol/L}$
- $C(1/5\text{KmnO}_4)=0.1010\text{mol/L}$  溶液稀释 10 倍
- 淀粉指示液
- $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1009\text{mol/L}$
- $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1009\text{mol/L}$  溶液稀释 10 倍

注:  $C(1/5\text{KmnO}_4)=0.1010\text{mol/L}$  编号 080458,  $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1009\text{mol/L}$  编号 0607 由国家标准物质研究中心提供的成品标准物质。

## 2、试验步骤:

## 1) 供试液的制备

将样品\_\_\_\_\_方法

进行制备供试液;同时、同条件制备空白样本。(供试液制备两个平行组进行试验)

2)取碘量瓶分别加入样品供试液、空白对照 10ml (或 20ml), 每样 2 份;

3)在各碘量瓶中加入 1.0mL (或 2.0mL)20%的稀硫酸;

4)在各碘量瓶中加入 1.0mL (或 2.0mL)高锰酸钾标准溶液;

5)各碘量瓶煮沸 3min, 冷却;

6)各碘量瓶中加入 0.1g (或 1.0g) 碘化钾, 摇匀, 用水封闭塞子, 置于暗处;

7)用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色, 加入 5 滴淀粉指示液, 继续滴定至兰色刚好消失, 得到硫代硫酸钠标准溶液所用的体积  $V_s$ ;

8)同法得到空白样本消耗硫代硫酸钠标准溶液体积  $V_0$ 。

## 3、结果

|       | 样本 1 | 样本 2 | 平均 |
|-------|------|------|----|
| $V_s$ |      |      |    |
| $V_0$ |      |      |    |

## 4、数据处理:

还原物质量以消耗的高锰酸钾标准溶液的量表示, 计算公式:  $V=(V_s - V_0)C_s/C_0$

本次实验结果  $V=[( \quad - \quad ) \times \quad ] / \quad$

$V=$

校核人:

检验人:

## 还原物质（直接法）检测记录

|       |   |       |       |       |     |
|-------|---|-------|-------|-------|-----|
| 检验编号: |   | 样品名称: |       | 产品规格  |     |
| 生产批号: |   | 样品数量: |       | 检测日期: |     |
| 检验依据: |   |       | 检验环境: | ℃     | %RH |
| 检测仪器: | / |       |       |       |     |

实验原始记录:

## 1、试剂:

- 20%的稀硫酸
- 0.05 mol/L 草酸钠溶液
- $C(1/5\text{KmnO}_4) = 0.1008\text{mol/L}$
- $C(1/5\text{KmnO}_4) = 0.1008\text{mol/L}$  溶液稀释 10 倍
- $C(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0.05\text{mol/L}$
- $C(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0.05\text{mol/L}$  溶液稀释 10 倍

注:  $C(1/5\text{KmnO}_4) = 0.1008\text{mol/L}$  编号 0602, 由国家标准物质研究中心提供的成品标准物质。

## 2、试验步骤:

## 1) 供试液的制备

将样品\_\_\_\_\_方

法进行制备供试液; 同时、同条件制备空白样本。(供试液制备两个平行组进行试验)

2) 取碘量瓶分别加入样品供试液、空白对照 20mL, 每样 2 份;

3) 在各碘量瓶中加入 5.0mL 20%的稀硫酸;

4) 在各碘量瓶中加入 3mL 高锰酸钾标准溶液;

5) 加热至沸并保持微沸 10min, 稍冷后精确加入 0.005mol/L 的草酸钠溶液 5.0mL, 置于水浴上加热至  $75^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$ ;6) 用规定浓度的高锰酸钾标准溶液滴定至显微红色, 并保持 30s 不褪色为终点; 得到高锰酸钾标准溶液所用的体积  $V_s$ ;8) 同法得到空白样本消耗高锰酸钾标准溶液体积  $V_0$ 。

## 3、结果

|       | 样本 1 | 样本 2 | 平均 |
|-------|------|------|----|
| $V_s$ |      |      |    |
| $V_0$ |      |      |    |

## 4、数据处理:

还原物质量以消耗的高锰酸钾标准溶液的量表示, 计算公式:  $V = (V_s - V_0) C_s / C_0$ 本次实验结果  $V = [(\quad - \quad) \times \quad] / \quad$  $V =$ 

校核人:

检验人:

耐腐蚀性检测原始记录

|       |   |       |   |       |  |
|-------|---|-------|---|-------|--|
| 检验编号: |   | 样品名称: |   |       |  |
| 生产批号: |   | 样品数量: |   | 样本编号: |  |
| 检验依据: |   |       |   |       |  |
| 检测日期: |   | 检验环境: | ℃ | %RH   |  |
| 检测仪器: | / |       |   |       |  |

实验原始记录:

- 1、溶液配制:100g/L 柠檬酸溶液(100g 柠檬酸稀释至 1000mL)
- 2、试验步骤:
- 取\_\_\_\_\_样品去除保护套浸没在柠檬酸溶液中，室温下保持 5h，然后取出样品，用蒸馏水或去离子水冲洗，再放入沸水烧杯中煮沸 30min，接着样品在试验水中冷却，室温保持 48h，然后取出样品并干燥，目力检查腐蚀痕迹。

3、结果:

|    |   |   |   |   |   |   |   |   |
|----|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| 结果 |   |   |   |   |   |   |   |   |

注： 打√表示合格  
打×表示不合格

校核: 检验:

## 氯化物含量检测记录

|       |  |       |   |      |  |
|-------|--|-------|---|------|--|
| 检验编号: |  | 样品名称: |   | 产品规格 |  |
| 生产批号: |  | 样品数量: |   | 检验日期 |  |
| 检验依据: |  |       |   |      |  |
| 检测仪器: |  | 检验环境: | ℃ | %RH  |  |

实验原始记录:

### 1、溶液配制:

氯化钠标准贮备液:称取 110℃干燥恒重的氯化钠 0.165g 置于容量瓶中加水适量,使溶解并稀释至 1000mL,摇匀,即得 100ug/mL 氯的标准贮备液。

氯化钠标准溶液:临用前精确量取氯化钠标准贮备液稀释至所需浓度。

硝酸银试液:取硝酸银 1.75g,加水适量溶解并稀释至 1000mL,摇匀。

稀硝酸:取 10mL 硝酸,用水稀释至 1000mL

### 2、试验步骤:

#### 1) 供试液的制备:

用\_\_\_\_\_方法进行制备;

同时、同条件制备空白样本。(两个平行组进行试验)

2)取供试液 10mL,加入 50mL 纳氏比色管中,加 10mL 稀硝酸,加水使成约 40mL,另取 10mL 氯化钠标准溶液置另一 50mL 纳氏比色管中,加 10mL 稀硝酸,加水使成约 40mL,在以上两试管中分别加入硝酸银试液 1mL,用水稀释至 50mL,在暗处放置 5min。

### 3、结果

置黑色背景下从上方观察,比较溶液混浊,得出结果:

样品 1 管溶液 ☐混浊于 ☐清晰于 对照管颜色。

样品 2 管溶液 ☐混浊于 ☐清晰于 对照管颜色。

校核:

检验:

## 氯化物含量检测记录

|       |         |       |   |      |  |
|-------|---------|-------|---|------|--|
| 检验编号: |         | 样品名称: |   | 规格型号 |  |
| 生产批号: |         | 样品数量: |   | 检验日期 |  |
| 检验依据: |         | 检验环境: | ℃ | %RH  |  |
| 检测仪器: | 酸度离子测定仪 |       |   |      |  |

实验原始记录:

1、样品供试液的制备:

将样品\_\_\_\_\_方法进行制备;同时、同条件制备空白样本。

2、确保仪器测量前,以确保仪器在已知的样品测量范围的校正液中校准过。

校准 1: 7.01;

校准 2: 4.00。

注:校正液由仪器配套提供。

3、仪器自动进行 pH 测量;

4、将电极和温度探棒浸入待测水样约(4cm),停留几分钟让电极读数稳定;

5、pH 值第一显示(大字),温度第二显示(小字):

6、仪器测过前一溶液后,在测试后一溶液前,用实验用水清洗电极。

7、温度会影响 pH 值的读数,为测量准确的 pH 值,温度要在合适的范围内进行自动补偿,用 HI7669/2W 温度探棒浸入样品液中,紧靠电极并停留几分钟。

8、结果:

样品供试液 pH:\_\_\_\_\_

空白样本 pH: \_\_\_\_\_

两者之差:\_\_\_\_\_

校核:

检验:

蒸发残渣检测记录

|       |  |       |       |      |     |
|-------|--|-------|-------|------|-----|
| 检验编号： |  | 样品名称： |       | 规格型号 |     |
| 生产批号： |  | 样品数量： |       | 检验日期 |     |
| 检验依据： |  |       | 检验环境： | ℃    | %RH |
| 检测仪器： |  |       |       |      |     |

实验原始记录：

1、检测过程：

- 1) 供试液的制备：
- 2) 用\_\_\_\_\_方法进行制备。  
(两个平行组进行试验)
- 3) 同时、同条件制备空白样本。

2、过程：

- 1) 蒸发皿预先在 105℃干燥恒重，精确称重；
- 2) 取制备好的供试液 50mL 以及空白样本 50mL 1 恒重过的蒸发皿中；
- 3) 加样后的蒸发皿在水浴上蒸干；
- 4) 蒸干后的蒸发皿在 105℃干燥恒重，精确称重。

3、结果：

|                                   | 加样前皿 W <sub>11</sub><br>(g) |            | 加样前皿 W <sub>12</sub> (g) |            | 未加样空白皿 W <sub>01</sub><br>(g) |            | 加样后空白皿 W <sub>02</sub><br>(g) |            |
|-----------------------------------|-----------------------------|------------|--------------------------|------------|-------------------------------|------------|-------------------------------|------------|
| 样 1                               | 皿第一<br>次称重                  | 皿第二<br>次称重 | 皿第一<br>次称重               | 皿第二<br>次称重 | 皿第一<br>次称重                    | 皿第二<br>次称重 | 皿第一<br>次称重                    | 皿第二<br>次称重 |
|                                   |                             |            |                          |            |                               |            |                               |            |
| 样 2                               | 皿第一<br>次称重                  | 皿第二<br>次称重 | 皿第一<br>次称重               | 皿第二<br>次称重 | 皿第一<br>次称重                    | 皿第二<br>次称重 | 皿第一<br>次称重                    | 皿第二<br>次称重 |
|                                   |                             |            |                          |            |                               |            |                               |            |
| W <sub>12</sub> - W <sub>11</sub> |                             |            |                          |            | 平均                            |            |                               |            |
| W <sub>02</sub> - W <sub>01</sub> |                             |            |                          |            |                               |            |                               |            |

4、数据处理：

4.1 计算公式：

W=[ (W<sub>12</sub>- W<sub>11</sub>) - (W<sub>02</sub> - W<sub>01</sub>) ] ×1000

W=[ \_\_\_\_\_ - \_\_\_\_\_ ] ×1000

W=\_\_\_\_\_

校核：

检验：

重金属含量检测记录-1

|       |  |       |   |       |  |
|-------|--|-------|---|-------|--|
| 检验编号: |  | 样品名称: |   |       |  |
| 生产批号: |  | 样品数量: |   | 检验日期: |  |
| 检验依据: |  |       |   |       |  |
| 检测仪器: |  | 检验环境: | ℃ | %RH   |  |

实验原始记录

1、溶液配制:

酚酞指示液:取 1g 酚酞，加乙醇 100mL；

乙酸盐缓冲液(pH3.5 )取乙酸钱 25g，加水 25mL 溶解后，加盐酸液(7mol/L) 38mL，用盐酸液 ( 2mol/L)或氨溶液(5mol/L)准确调节 pH3.5 (电位法指示)，用水黛稀释至 100mL，即得；

硫代乙酸胺试液:取硫代乙酞胺 4g，加水使溶解成 100mL，置冰箱中保存。临用前取混合液[由氢氧化钠(1mol/L)15mL、水 5.0mL 及甘油 20mL 组成]5.0mL，加上述硫代乙酞胺溶液 1.0mL，置水浴上加热 20s，冷却，立即使用；

铅标准贮备液(100 μ g/mL)；

铅标准溶液(铅标准贮备液用时稀释到需要浓度)。

2、试验步骤:

1) 供试液制备:

将样品\_\_\_\_\_方法进行

制备供试液；同时、同条件制备空白样本。(供试液制备两个平行组进行试验)

2) 取 50ml 检验液加入 50ml 纳氏比色管中 ， 另取 1mL 铅标准溶液加入另一 50ml 纳氏比色管中，加空白对照液至 50mL，在两只比色管中各加入乙酸盐缓冲液(pH3.5 )各 2mL 摇匀，再分别加入硫代乙酞胺试液各 2mL，摇匀，放置 2min 。

3、结果

在白色背景下从上方观察，比较颜色深浅，得出结果:

样品管 1 颜色 ☐ 深于 ☐ 浅于 对照管颜色。

样品管 2 颜色 ☐ 深于 ☐ 浅于 对照管颜色。

校核:

检验:

重金属含量检测记录-2

|       |   |       |   |      |  |
|-------|---|-------|---|------|--|
| 检验编号: |   | 样品名称: |   | 规格型号 |  |
| 生产批号: |   | 样品数量: |   |      |  |
| 检验依据: |   |       |   |      |  |
| 检验日期: |   | 检验环境: | ℃ | %RH  |  |
| 检测仪器: | / |       |   |      |  |

实验原始记录：

1、溶液配制:硫化钠溶液(硫化钠 1g 溶解到 10mL)；

铅标准贮备液(100 μ g/mL )

铅标准溶液(铅标准贮备液用时稀释到需要浓度)。

2、试验步骤：

1) 供试液制备：

用\_\_\_\_\_方法进行制备

同时、同条件制备空白样本。(供试液制备两个平行组进行试验)

2) 取 1 支 50mL 纳氏比色管加入标准试验液 10mL，加 2mL 醋酸，加 2mL 铅标准液 ， 加水至 50mL。

另取 1 支 50mL 纳氏比色管加入由样本制备的供试液 10mL，加 30mL 水，加 2mL 醋酸，加水至 50mL。

在纳氏比色管中加入硫化钠 1 滴，摇匀。

3、结果

在白色背景下从上方观察，比较颜色深浅，得出结果：

样品管 1 颜色  深于  浅于 对照管颜色。

样品管 2 颜色  深于  浅于 对照管颜色。

校核：

检验：

紫外吸光度检测记录

|       |  |       |       |       |     |
|-------|--|-------|-------|-------|-----|
| 检验编号： |  | 样品名称： |       | 规格型号  |     |
| 生产批号： |  | 样品数量： |       | 检验日期： |     |
| 检验依据： |  |       | 检验环境： | ℃     | %RH |
| 检测仪器： |  |       |       |       |     |

实验原始记录：

1、供试液制备：

用\_\_\_\_\_方法  
进行制备供试液；同时、同条件制备空白样本。（供试液制备两个平行组进行试验）

2、试验步骤：

取制备好的供试液，在 5h 内用 1cm 检验池以空白对照常液为参比在规定的波长范围内测定吸光度。

3、结果：

测紫外吸收时透明质酸钠溶液浓度约为原浓度的十分之一，结果换算成原标定浓度时的吸收  
值，在波长 260nm 处透光率为：样 1：\_\_\_\_\_样 2：\_\_\_\_\_平均：\_\_\_\_\_

4、附检测标准曲线样图以及实验数据。

校核：

检验：

## 附录 1 微生物限度检查法(选自中国药典 2010 版)

### 附录 XI J 微生物限度检查法

微生物限度检查法系检查非规定灭菌制剂及其原料、辅料受微生物污染程度的方法。检查项目包括细菌数、霉菌数、酵母菌数及控制菌检查。

微生物限度检查应在环境洁净度 10000 级下的局部洁净度 100 级的单向流空气区域内进行。检验全过程必须严格遵守无菌操作,防止再污染。单向流空气区域、工作台面及环境应定期按《医药工业洁净室(区)悬浮粒子、浮游菌和沉降菌的测试方法》的现行国家标准进行洁净度验证。

供试品检查时,如果使用了表面活性剂、中和剂或灭活剂,应证明其有效性及对微生物无毒性。

除另有规定外,本检查法中细菌及控制菌培养温度为  $30^{\circ}\text{C}\sim 35^{\circ}\text{C}$ ;霉菌、酵母菌培养温度为  $23^{\circ}\text{C}\sim 28^{\circ}\text{C}$ 。

检验结果以 1g, 1ml, 10g, 10ml,  $10\text{cm}^2$  为单位报告,特殊品种可以最小包装单位报告。

#### 检验量

检验量即一次试验所用的供试品量(g, ml 或  $\text{cm}^2$ )。

除另有规定外,一般供试品的检验量为 10g 或 10ml;膜剂为  $100\text{cm}^2$ ;贵重药品、微量包装药品的检验量可以酌减。要求检查沙门菌的供试品,其检验量应增加 20g 或 20ml(其中 10g 用于阳性对照试验)。

检验时,应从 2 个以上最小包装单位中抽取供试品,膜剂还不得少于 4 片。

一般应随机抽取不少于检验用最(两个以上最小包装单位)的 3 倍量供试品。

#### 供试液的制备

根据供试品的理化特性与生物学特性,采取适宜的方法制备供试液。供试液制备若需加温时,应均匀加热,且温度不应超过  $45^{\circ}\text{C}$ 。供试液从制备至加入检验用培养基,不得超过 1 小时。

除另有规定外,常用的供试液制备方法如一下。

##### 1. 液体供试品

取供试品 10ml,加 pH7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液至 100ml,混匀,作为

1:10 的供试液。油剂可加入适量的无菌聚山梨酯 80 使供试品分散均匀。水溶性液体制剂也可用混合的供试品原液作为供试液。

## 2. 固体、半固体或黏稠性供试品

取供试品 10g, 加 pH7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液至 100ml, 用匀浆仪或其他适宜的方法, 混匀, 作为 1:10 的供试液。必要时加适量的无菌聚山梨酯 80, 并置水浴中适当加温使供试品分散均匀。

## 3. 需用特殊供试液制备方法的供试品

### (1) 非水溶性供试品

方法 1 取供试品 5g (或 5ml), 加至含溶化的 (温度不超过 45℃) 5g 司盘 80, 3g 单硬脂酸甘油酸、10g 聚山梨酯 80 无菌混合物的烧杯中; 用无菌玻棒搅拌成团后, 慢慢加入 45℃ 的 pH7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液至 100ml, 边加边搅拌, 使供试品充分乳化, 作为 1:20 的供试液。

方法 2 取供试品 10g, 加至含 20ml 无菌十四烷酸异丙酯 (制法见附录 XIII B 无菌检查法中供试品的无菌检查项下) 和无菌玻璃珠的适宜容器中, 必要时可增加十四烷酸异丙酯的用量, 充分振摇, 使供试品溶解。然后加入 45℃ 的 pH7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液 100:1, 振摇 5~10 分钟, 萃取, 静置使油水明显分层, 取其水层作为 1:10 的供试液。

### (2) 膜剂供试品

取供试品 100cm<sup>2</sup>, 剪碎, 加 100ml 的 pH7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液 (必要时可增加稀释液), 浸泡, 振摇, 作为 1:10 的供试液。

### (3) 肠溶及结肠溶制剂供试品

取供试品 10g, 加 pH6.8 无菌磷酸盐缓冲液 (用于肠溶制剂) 或 pH7.6 无菌磷酸盐缓冲液 (用于结肠溶制剂) 至 100ml, 置 45℃ 水浴中, 振摇, 使溶解, 作为 1:10 的供试液。

### (4) 气雾剂、喷雾剂供试品

取规定量供试品, 置冰冻室冷冻约 1 小时, 取出, 迅速消毒供试品开启部位, 用无菌钢锥在该部位钻一小孔, 放至室温, 并轻轻转动容器, 使抛射剂缓缓全部释出。用无菌注射器吸出全部药液, 加至适量的 pH7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液 (若含非水溶性成分, 加适量的无菌聚山梨酯 80) 中, 混匀, 取相当于 10g

或 10ml 的供试品，再稀释成 1:10 的供试液。

#### (5) 贴剂供试品

取规定量供试品，去掉贴剂的保护层，放置在无菌玻璃或塑料片上，粘贴面朝上。用适宜的无菌多孔材料(如无菌纱布)覆盖贴剂的粘贴面以避免贴剂粘贴在一起。然后将其置于适宜体积并含有表面活性剂(如聚山梨酯 80 或卵磷脂)的稀释剂中，用力振荡至少 30 分钟，制成供试液。贴剂也可以其他适宜的方法制备成供试液。

#### (6) 具抑菌活性的供试品

当供试品有抑菌活性时，采用下列方法进行处理，以消除供试液的抑菌活性后，再依法检查。常用的方法如下。

①培养基稀释法取规定量的供试液，至较大量的培养基中，使单位体积内的供试品含量减少，至不含抑菌作用。测定细菌、霉菌及酵母菌的菌数时，取同稀释级的供试液 2ml，每 1ml 供试液可等量分注多个平皿，倾注琼脂培养基，混匀，凝固，培养，计数。每 1ml 供试液所注的平皿中生长的菌数之和即为 1ml 的菌落数，计算每 1ml 供试液的平均菌落数，按平皿法计数规则报告菌数；控制菌检查时，可加大增菌培养基的用量。

②离心沉淀法 取一定量的供试液，500 转/分离心 3 分钟，取全部上清液混合，用于细菌检查。

③薄膜过滤法 见细菌、霉菌及酵母菌计数项下的“薄膜过滤法”。

④中和法 凡含汞、砷或防腐剂等具有抑菌作用的供试品，可用适宜的中和剂或灭活剂消除其抑菌成分。中和剂或灭活剂可加在所用的稀释液或培养基中。

### 细菌、霉菌及酵母菌计数

#### 计数培养基的适用性检查

细菌、霉菌及酵母菌计数用的培养基应进行培养基的适用性检查，成品培养基、由脱水培养基或按培养基处方配制的培养基均应检查。

菌种试验用菌株的传代次数不得超过 5 代(从菌种保存中心获得的冷冻干燥菌种为第 0 代)。试验用菌种应采用适宜的菌种保藏技术进行保存，以保证试验菌株的生物学特性。

大肠埃希菌(*Escherichia coli*) [CMMCC (B) 44 102]

金黄色葡萄球菌(*Staphylococcus aureus*) [CMCC (B) 26 003]

枯草芽孢杆菌(*Bacillus subtilis*) (CMCC (B) 63 501)

白色念珠菌(*Candida albicans*) [CMCC (F) 98 001]

黑曲霉(*Aspergillus niger*) [CMCC (F) 98 003]

菌液制备接种大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌、枯草芽孢杆菌的新鲜培养物至营养肉汤培养基或营养琼脂培养基中，培养 18~24 小时；接种白色念珠菌的新鲜培养物至改良马丁培养基或改良马丁琼脂培养基中，培养 24~48 小时。上述培养物用 0.9% 无菌氯化钠溶液制成每 1ml 含菌数为 50~100cfu 的菌悬液。接种黑曲霉的新鲜培养物至改良马丁琼脂斜面培养基中，培养 5~7 天，加入 3~5ml 含 0.05% (v/v) 聚山梨酯 80 的 0.9% 无菌氯化钠溶液，将孢子洗脱。然后，用适宜方法吸出孢子悬液至无菌试管内，用含 0.05% (v/v) 聚山梨酯 80 的 0.9% 无菌氯化钠溶液制成每 1ml 含孢子数 50~100cfu 的孢子悬液。

菌悬液在室温下放置应在 2 小时内使用，若保存在 2~8℃ 可在 24 小时内使用。黑曲霉孢子悬液可保存在 2~8℃，在验证过的贮存期内使用。

适用性检查 取大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌、枯草芽孢杆菌各 50~100cfu，分别注入无菌平皿中，立即倾注营养琼脂培养基，每株试验菌平行制备 2 个平皿，混匀，凝固，置 30~35℃ 培养 48 小时，计数；取白色念珠菌、黑曲霉各 50~100cfu 分别注入无菌平皿中，立即倾注玫瑰红钠琼脂培养基，每株试验菌平行制备 2 个平皿，混匀，凝固，置 23~28℃ 培养 72 小时，计数；取白色念珠菌 50~100cfu 注入无菌平皿中，立即倾注酵母浸出粉陈菊葡萄糖琼脂培养基，平行制备 2 个平皿，混匀，凝固，置 23~28℃ 培养 72 小时，计数。同时，用相应的对照培养基替代被检培养基进行上述试验。

结果判定被检培养基上的菌落平均数与对照培养基上的菌落平均数的比值大于 70%，且菌落形态大小应与对照培养基上的菌落一致。判该培养基的适用性检查符合规定。

#### 计数方法的验证

当建立产品的微生物限度检查法时，应进行细菌、霉菌及酵母菌计数方法的验证，以确认所采用的方法适合于该产品的细菌、霉菌及酵母菌数的测定。若产

品的组分或原检验条件发生改变可能影响检验结果时，计数方法应重新验证。

验证时，按供试液的制备和细菌、霉菌及酵母菌计数所规定的方法及下列要求进行。对各试验菌的回收率应逐一进行验证。

菌种及菌液制备 同计数培养基的适用性检查

验证方法 验证试验至少应进行 3 次独立的平行试验，并分别计算各试验菌每次试验的回收率。

(1) 试验组平皿法计数时，取试验可能用的最低稀释级供试液 1ml 和 50~100cfu 试验菌，分别注入平皿中，立即倾注琼脂培养基，每株试验菌平行制备 2 个平皿，按平皿法测定其菌数。薄膜过滤法计数时，取规定量试验可能用的最低稀释级供试液，过滤，冲洗，在最后一次的冲洗液中加入 50~100cfu 试验菌，过滤，按薄膜过滤法测定其菌数。

(2) 菌液组 测定所加的试验菌数。

(3) 供试品对照组 取规定最供试液，按菌落计数方法测定供试品本底菌数。

(4) 稀释剂对照组 若供试液制备需要分散、乳化、中和、离心或薄膜过滤等特殊处理时，应增加稀释剂对照组，以考察供试液制备过程中微生物受影响的程度。试验时，可用相应的稀释液替代供试品，加入试验菌，使最终菌浓度为每 1ml 供试液含 50~100cfu，按试验组的供试液制备方法和菌落计数方法测定其菌数。

结果判断 在 3 次独立的平行试验中，稀释剂对照组的菌回收率(稀释剂对照组的平均菌落数占菌液组的平均菌落数的百分率)应均不低于 70%。若试验组的菌回收率(试验组的平均菌落数减去供试品对照组的平均菌落数的值占菌液组的平均菌落的百分率)均不低于 70%，照该供试液制备方法和计数法测定供试品的细菌、霉菌及酵母菌数；若任一次试验中试验组的菌回收率低于 70%，应采用培养基稀释法、离心沉淀法、薄膜过滤法、中和法(表 1)等方法或联合使用这些方法消除供试品的抑菌活性，并重新进行方法验证。

表 1 常见干扰物的中和剂或灭活方法

| 干扰物 | 可选用的中和剂或灭活方法 |
|-----|--------------|
| 戊二醛 | 亚硫酸氧纳        |

|                       |                   |
|-----------------------|-------------------|
| 酚类、乙醇、吸附物             | 稀释法               |
| 醛类                    | 稀释法、甘氨酸、硫代硫酸盐     |
| 季铵类化合物(QACs)、对羟基苯甲酸酯、 | 卵磷脂、聚山梨酯          |
| 汞类制剂                  | 亚硫酸氢钠、巯基乙酸盐、硫代硫酸盐 |
| 双胍类化合物                | 卵磷脂               |
| 碘酒、洗必泰类               | 聚山梨酯              |
| 卤化物                   | 硫代硫酸盐             |
| 乙二胺四乙酸(EDTA )         | 镁或钙离子             |
| 磺胺类                   | 对氨基苯甲酸            |
| β-内酰胺类抗生素             | β-内酰胺酶            |

若没有适宜的方法消除供试品中的抑菌作用，那么验证试验中微生物回收的失败可看成是因供试品的抗菌活性引起的，同时表明该供试品不能被试验菌污染。但是，供试品也可能仅对试验用菌株具有抑制作用，而对其他菌株没有抑制作用。因此，根据供试品须符合的微生物限度标准和菌数报告规则，在不影响检验结果判断的前提下，应采用能使微生物生长的更高稀释级的供试液进行方法验证试验。若验证试验符合要求，应以该稀释级供试液作为最低稀释级的供试液进行供试品检验。

计数方法验证时，采用上述方法若还存在一株或多株试验菌的回收率达不到要求，那么选择回收情况最接近要求的方法和试验条件进行供试品的检验。

验证试验也可与供试品的细菌、霉菌及酵母菌计数同时进行。

#### 供试品检查

计数方法包括平皿法和薄膜过滤法。检查时，按已验证的计数方法进行供试品的细菌、霉菌及酵母菌菌数的测定。

按计数方法的验证试验确认的程序进行供试液制备。用稀释液稀释成 1:10, 1:10<sup>2</sup>、1:10<sup>3</sup> 等稀释级的供试液。

#### 1. 平皿法

取供试液 1ml, 置直径 90mm 的无菌平皿中，注入 15~20ml 温度不超过 45℃ 的溶化的营养琼脂培养基或玫瑰红钠琼脂培养基或酵母浸出粉胨葡萄糖琼脂培养基，混匀，凝固，倒置培养。每稀释级每种培养基至少制备 2 个平板。

阴性对照试验 取试验用的稀释液 1ml, 置无菌平皿中, 注入培养基, 凝固,

倒置培养。每种计数用的培养基各制备 2 个平板, 均不得有菌生长。

培养和计数除另有规定外, 细菌培养 3 天, 霉菌、酵母菌培养 5 天。逐日观察菌落生长情况; 点计菌落数。必要时, 可适当延长培养时间至 7 天进行菌落计数并报告。菌落蔓延生长成片的平板不宜计数。点计菌落数后, 计算各稀释级供试液的平均菌落数, 按菌数报告规则报告菌数。若同稀释级两个平板的菌落平均数不小于 15, 则两个平板的菌落数不能相差 1 倍或以上。

一般营养琼脂培养基用于细菌计数; 玫瑰红钠琼脂培养基用于霉菌及酵母菌计数; 酵母浸出粉陈葡萄糖琼脂培养基用于酵母菌计数。在特殊情况下, 若营养琼脂培养基上长有霉菌和酵母菌、玫瑰红钠琼脂培养基上长有细菌, 则应分别点计霉菌和酵母菌、细菌菌落数。然后将营养琼脂培养基上的霉菌和酵母菌数或玫瑰红钠琼脂培养基上的细菌数, 与玫瑰红钠琼脂培养基中的霉菌和酵母菌数或营养琼脂培养基中的细菌数进行比较, 以菌落数高的培养基中的菌数为计数结果。

含蜂蜜、王浆的液体制剂, 用玫瑰红钠琼脂培养基测定霉菌数, 用酵母浸出粉陈葡萄糖琼脂培养基测定酵母菌数, 合并计一数。

菌数报告规则 细菌、酵母菌宜选取平均菌落数小于 300cfu, 霉菌宜选取平均菌落数小于 100cfu 的稀释级, 作为菌数报告(取两位有效数字)的依据。以最高的平均菌落数乘以稀释倍数的值报告 1 g, 1mL 或 10cm<sup>2</sup> 供试品中所含的菌数。

如各稀释级的平板均无菌落生长, 或仅最低稀释级的平板有菌落生长, 但平均菌落数小于 1 时, 以 <1 乘以最低稀释倍数的值报告菌数。

## 2. 薄膜过滤法

采用薄膜过滤法, 滤膜孔径应不大于 0.45 μm, 直径一般为 50mm, 若采用其它直径的滤膜, 冲洗量应进行相应的调整。选择滤膜材质时应保证供试品及其溶剂不影响微生物的充分被截留。滤器及滤膜使用前应采用适宜的方法灭菌。使用时, 应保证滤膜在过滤前后的完整性。水溶性供试液过滤前先将少量的冲洗液过滤以润湿滤膜。油类供试品, 其滤膜和过滤器在使用前应充分干燥。为发挥滤膜的最大过滤效率, 应注意保持供试品溶液及冲洗液覆盖整个滤膜表面。供试液经薄膜过滤后, 若需要用冲洗液冲洗滤膜, 每张滤膜每次冲洗量不超过 100ml, 总冲洗量不得超过 1000ml, 以避免滤膜上的微生物受损伤。

取相当于每张滤膜含 1g, 1ml 或 10cm<sup>2</sup> 供试品的供试液, 加至适量的稀释剂中, 混匀, 过滤; 若供试品每 1g, 1ml 或 10cm<sup>2</sup> 所含的菌数较多时, 可取适宜稀释级的供试液 1ml 进行试验. 用 pH7. 0 无菌氧化钠-蛋白胨缓冲液或其他适宜的冲洗液冲洗滤膜, 冲洗方法和冲洗量同“计数方法的验证”。冲洗后取出滤膜, 菌面朝上贴于营养琼脂培养基或玫瑰红钠琼脂培养基或酵母浸出粉胨葡萄糖琼脂培养基平板上培养。每种培养基至少制备一张滤膜。

阴性对照试验 取试验用的稀释液 1ml 照上述薄膜过滤法操作, 作为阴性对照。阴性对照不得有菌生长。

培养和计数 培养条件和计数方法同平皿法, 每片滤膜上的菌落数应不超过 100 个。

菌数报告规则 以相当于 1g, 1ml 或 10cm<sup>2</sup> 供试品的菌落数报告菌数; 若滤膜上无菌落生长, 以 <1 报告菌数 (每张滤膜过滤 1g, 1ml 或 10cm<sup>2</sup> 供试品), 或 <1 乘以最低稀释倍数的值报告菌数。

## 控制菌检查

### 控制菌检查用培养基的适用性检查

控制菌检查用的培养基应进行培养基的适用性检查, 成品培养基、由脱水培养基或按培养基处方配制的培养基均应检查。检查项目包括培养基的促生长、指示和抑制特性能力。

菌种对试验菌种的要求同计数培养基的适用性检查。

大肠埃希菌 (*Escherichia coli*) [CMMCC (B) 44 102]

金黄色葡萄球菌 (*Staphylococcus aureus*) [CMCC (B) 26 003]

乙型副伤寒沙门菌 (*Salmonella paratyphi B*) [CMCC (B) 50 094]

铜绿假单胞菌 (*Pseudomonas aeruginosa*) [CMCC (B) 10 104]

生孢梭菌 (*Clostridium sporogenes*) [CMCC (B) 64 941]

白色念珠菌 (*Candida albicans*) [CMCC (F) 98 001]

菌液制备接种大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌、乙型副伤寒沙门菌、铜绿假单胞菌的新鲜培养物至营养肉汤培养基或营养琼脂培养基中, 生孢梭菌的新鲜培养物至硫乙醇酸盐流体培养基中, 培养 18~24 小时; 接种白色念珠菌的新鲜培

养物至改良马丁培养基或改良马丁琼脂培养基中，培养 24~48 小时。用 0.9%无

菌氯化钠溶液制成每 1ml 含菌数位 10~100cfu 的菌悬液。

菌悬液在室温下放置应在 2 小时内使用，若保存在 2~5℃ 可在 24 小时内使用。

适用性检查 控制菌检查用培养基的适用性检查所用的菌株及检测项目见表 2

表 2 控制菌检查用培养基的促生长、抑制和指示能力检查

| 控制菌检查 | 培养基              | 特性            | 试验菌株             |
|-------|------------------|---------------|------------------|
| 大肠埃希菌 | 胆盐乳糖培养基          | 促生长能力<br>抑制能力 | 大肠埃希菌<br>金黄色葡萄球菌 |
|       | MUG 培养基          | 促生长能力+指示能力    | 大肠埃希菌            |
|       | 曙红亚甲蓝琼脂或麦康凯琼脂    | 促生长能力+指示能力    | 大肠埃希菌            |
| 大肠菌群  | 乳糖胆盐发酵培养基        | 促生长能力<br>抑制能力 | 大肠埃希菌<br>金黄色葡萄球菌 |
|       | 乳糖发酵培养基          | 促生长能力+指示能力    | 大肠埃希菌            |
|       | 曙红亚甲蓝琼脂或麦康凯琼脂    | 促生长能力+指示能力    | 大肠埃希菌            |
| 沙门菌   | 营养肉汤             | 促生长能力         | 乙型副伤寒沙门菌         |
|       |                  | 促生长能力         | 乙型副伤寒沙门菌         |
|       | 四硫磺酸钠亮绿培养基       | 抑制能力          | 金黄色葡萄球菌          |
|       | 胆盐硫乳琼脂或沙门、志贺氏属琼脂 | 促生长能力+指示能力    | 乙型副伤寒沙门菌         |

|         |                   |                    |                   |
|---------|-------------------|--------------------|-------------------|
|         | 曙红亚甲蓝琼脂或麦康凯琼脂     | 促生长能力+指示能力         | 乙型副伤寒沙门菌          |
| 铜绿假单胞菌  | 胆盐乳糖培养基           | 促生长能力<br>抑制能力      | 铜绿假单胞菌<br>金黄色葡萄球菌 |
|         | 溴化十六烷基三甲胺琼脂       | 促生长能力<br>抑制能力      | 铜绿假单胞菌<br>大肠埃希菌   |
|         | 绿脓菌素侧定用培养基        | 促生长能力+指示能力         | 铜绿假单胞菌            |
| 金黄色葡萄球菌 | 亚碲酸盐肉汤培养基         | 促生长能力<br>抑制能力      | 金黄色葡萄球菌<br>大肠埃希菌  |
|         | 卵黄氧化钠琼脂培养液或甘露醇盐琼脂 | 促生长能力+指示能力<br>抑制能力 | 金黄色葡萄球菌<br>大肠埃希菌  |
|         |                   |                    |                   |
| 梭菌      | 梭菌增菌培养基           | 促生长能力              | 生孢梭菌              |
|         | 哥伦比亚琼脂            | 促生长能力              | 生孢梭菌              |
| 白色念珠菌   | 沙氏葡萄糖肉汤           | 促生长能力              | 白色念珠菌             |
|         | 沙氏葡萄糖琼脂           | 促生长能力+指示能力         | 白色念珠菌             |
|         | 念珠菌显色培养基          | 促生长能力+指示能力         | 白色念珠菌             |
|         |                   | 抑制能力               | 大肠埃希菌             |
|         | 吐温 80 玉米琼脂培养物     | 促生长能力+指示能力         | 白色念珠菌             |

增菌培养基促生长能力检查:分别接种不大于 100cfu 的试验菌(见表 2)于被检培养基和对照培养基中,在相应控制菌检查规定的培养温度及最短培养时间一下培养。与对照培养基管比较,被检培养基管试验菌应生长良好。

固体培养基促生长能力检查:取试验菌各 0.1ml(含菌数 50~100c fu)分别涂布于被检培养基和对照培养基平板上,在相应控制菌检查规定的培养温度及最短培养时间下培养。被检培养基与对照培养基生长的菌落大小形态特征应一致。

培养基抑制能力检查：接种不少于 100cfu 的试验菌(见表 2)于被检培养基中，在相应控制菌检查规定的培养温度及最长时间下培养，试验菌应不得生长。

固体培养基指示能力检查：取试验菌各 0.1ml(含菌数不大于 100cfu)(见表 2)分别涂布于被检培养基和对照培养基平板上，在相应控制菌检查规定的培养温度及时间下培养。被检培养基中试验菌生长的菌落形态、大小、指示剂反应情况等应与对照培养基一致。

液体培养基指示能力检查：分别接种不大于 100cfu 的试验菌(见表 2)于被检培养基和对照培养基中，在相应控制菌检查规定的培养温度及最短培养时间下培养。与对照培养基管比较，被检培养基管试验菌生长情况、指示剂反应等应与对照培养基一致。

#### 控制菌检查方法的验证

当建立药品的微生物限度检查法时，应进行控制菌检查方法的验证，以确认所采用的方法适合于该药品的控制菌检查。若药品的组分或原检验条件发生改变可能影响检验结果时，检查方法应重新验证。

验证时，依各品种项下微生物限度标准中规定检查的控制菌选择相应验证的菌株，验证大肠菌群检查法时，应采用大肠埃希菌作为验证菌株。验证试验按供试液的制备和控制菌检查法的规定及下列要求进行。

#### 菌种及菌液制备 同控制菌检查用培养基的适用性检查

##### 验证方法

取规定量供试液及 10~100cfu 试验菌加入增菌培养基中，依相应控制菌检查法进行检查。当采用薄膜过滤法时，取规定量供试液，过滤，冲洗，试验菌应加在最后一次冲洗液中，过滤后，注入增菌培养基或取出滤膜接入增菌培养基中。

结果判断若上述试验检出试验菌，按此供试液制备法和控制菌检查法进行供试品的该控制菌检查；若试验组未检出试验菌，应采用培养基稀释法、离心沉淀集菌法、薄膜过滤法、中和法等方法或联合使用这些方法消除供试品的抑菌活性，并重新进行方法验证。

验证试验也可与供试品的控制菌检查同时进行。

##### 供试品检查

供试品的控制菌检查应按已验证的方法进行，增菌培养液的实际用量同控制

菌检查方法的验证。

阳性对照试验 供试品进行控制菌检查时，应做阳性对照试验。阳性对照试验的加菌量为 10~100cfu，方法同供试品的控制菌检查。阳性对照试验应检出相应的控制菌。

阴性对照试验 取稀释液 10ml 照相应控制菌检查法检查，作为阴性对照。阴性对照应无菌生长。

(1)大肠埃希菌(*Escherichis coli*)取供试液 10ml(相当于供试品 1g、1ml，10cm<sup>2</sup>)，直接或处理后接种至适量(不少于 100ml)的胆盐乳糖培养基中，培养 18~24 小时，必要时可延长至 48 小时。

取上述培养物 0.2ml，接种至含 5ml MUG 培养基的试管内，培养，于 5 小时、24 小时在 366nm 紫外线下观察，同时用未接种的 MUG 培养基作本底对照。若管内培养物呈现荧光，为 MUG 阳性；不呈现荧光，为 MUG 阴性。观察后，沿培养管的管壁加入数滴靛基质试液，液面呈玫瑰红色，为靛基质阳性；呈试剂本色，为靛基质阴性。本底对照应为 MUG 阴性和靛基质阴性。

如 MUG 阳性、靛基质阳性，判供试品检出大肠埃希菌；如 MUG 阴性、靛基质阴性，判供试品未检出大肠埃希菌；如 MUG 阳性、靛基质阴性，或 MUG 阴性、靛基质阳性，则应取胆盐乳糖培养基的培养物划线接种于曙红亚甲蓝琼脂培养基或麦康凯琼脂培养基的平板上，培养 18~24 小时。

若平板上无菌落生长、或生长的菌落与表 3 所列的菌落形态特征不符，判供试品未检出大肠埃希菌。若平板上生长的菌落与表 3 所列的菌落形态特征相符或疑似，应进行分离、纯化、染色镜检和适宜的鉴定试验，确认是否为大肠埃希菌。

表 3 大肠埃希菌菌落形态特征

| 培养基     | 菌落形态                                                         |
|---------|--------------------------------------------------------------|
| 曙红亚甲蓝琼脂 | 呈紫黑色、浅紫色、蓝紫色或粉红色，菌落中心呈深紫色或无明显暗色中心，圆形，稍凸起，边缘整齐，表面光滑，湿润，常有金属光泽 |
| 麦康凯琼脂   | 鲜桃红色或微红色，菌落中心呈深桃红色，圆形，扁平，边                                   |

|  |             |
|--|-------------|
|  | 缘整齐，表面光滑，湿润 |
|--|-------------|

(2) 大肠菌群 (*Coliform*) 取含适量 (不少于 10ml) 的乳糖胆盐发酵培养基管 3 支，分别加入 1:10 的供试液 1ml (含供试品 0.1g 或 0.1ml)、1:100 的供试液 1ml (含供试品 0.01g 或 0.01ml)、1:1000 的供试液 1ml (含供试品 0.001g 或 0.001ml)，另取 1 支乳糖胆盐发酵培养基管加入稀释液 1ml 作为阴性对照管。培养 18~24 小时。

乳糖胆盐发酵管若无菌生长、或有菌生长但不产酸产气，判该管未检出大肠菌群；若产酸产气，应将发酵管中的培养物分别划线接种于曙红亚甲蓝琼脂培养基或麦康凯琼脂培养基的平板上，培养 18~24 小时。

若平板上无菌落生长，或生长的菌落与表 4 所列的菌落形态特征不符或为非革兰阴性无芽孢杆菌，判该管未检出大肠菌群；若平板上生长的菌落与表 4 所列的菌落形态特征相符或疑似，且为革兰阴性无芽孢杆菌，应进行确证试验。

表 4 大肠菌群菌落形态特征

| 培养基     | 菌落形态                                   |
|---------|----------------------------------------|
| 曙红亚甲蓝琼脂 | 呈紫黑色、浅紫色、红色或粉红色，圆形，扁平或稍凸起，边缘整齐，表面光滑，湿润 |
| 麦康凯琼脂   | 鲜桃红色或粉红色，圆形，扁平或稍凸起，边缘整齐，表面光滑，湿润        |

确证试验从上述分离平板上挑选 4~5 个疑似菌落，分别接种于乳糖发酵管中，培养 24~48 小时。若产酸产气，判该乳糖胆盐发酵管检出大肠菌群，否则判未检出大肠菌群。

根据大肠菌群的检出管数，按表 5 报告 1g 或 1ml 供试品中的大肠菌群数。

表 5 可能的大肠菌群数表

| 各供试品量的检出结果   |               |                | 可能的大肠菌群数 N<br>(个/g 或 ml) |
|--------------|---------------|----------------|--------------------------|
| 0.1g 或 0.1ml | 0.1g 或 0.01ml | 0.1g 或 0.001ml |                          |
| +            | +             | +              | $>10^3$                  |
| +            | +             | -              | $10^2 < N < 10^3$        |

|   |   |   |                 |
|---|---|---|-----------------|
| + | - | - | $10 < N < 10^2$ |
| - | - | - | $< 10$          |

注: +代表检出大肠菌群; - 代表未检出大肠菌群。

(3) 沙门菌 (*Salmonella*) 取供试品 10g 或 10ml, 直接或处理后接种至

适量(不少于 200ml)的营养肉汤培养基中, 用匀浆仪或其他适宜方法混匀, 培养 18~24 小时。

取上述培养物 1ml, 接种于 10ml 四硫磺酸钠亮绿培养基中, 培养 18~24 小时后, 分别划线接种于胆盐硫乳琼脂(或沙门、志贺菌属琼脂)培养基和麦康凯琼脂(或曙红亚甲蓝琼脂)培养基的平板上, 培养 18~24 小时(必要时延长至 40~48 小时)。若平板上无菌落生长, 或生长的菌落不同于表 6 所列的特征, 判供试品未检出沙门菌。

若平板上生长的菌落与表 6 所列的菌落形态特征相符或疑似, 用接种针挑选 2~3 个菌落分别于三糖铁琼脂培养基高层斜面上进行斜面 and 高层穿刺接种, 培养 18~24 小时, 如斜面未见红色、底层未见黄色; 或斜面黄色、底层无黑色, 判供试品未检出沙门菌。否则, 应取三糖铁琼脂培养基斜面的培养物进行适宜的鉴定试验, 确认是否为沙门菌。

表 6 沙门菌菌落形态特征

| 培养基       | 菌落形态                          |
|-----------|-------------------------------|
| 胆盐硫乳琼脂    | 无色至浅橙色, 半透明, 菌落中心带黑色或全部黑色或无黑色 |
| 沙门、志贺菌属琼脂 | 无色至淡红色, 半透明或不透明, 菌落中心有时带黑褐色   |
| 曙红亚甲蓝琼脂   | 无色至浅橙色, 透明或半透明, 光滑湿润的圆形菌落     |
| 麦康凯琼脂     | 无色至浅橙色, 透明或半透明, 菌落中心有时为暗色     |

(4) 铜绿假单胞菌 (*Pseudomonas aeruginosa*) 取供试液 10ml (相当于供试品 1g, 1ml, 10cm<sup>2</sup>), 直接或处理后接种至适量(不少于 100ml)的胆盐乳糖培养基中, 培养 18~24 小时。取上述培养物, 划线接种于溴化十六烷基三甲琼脂培养基的平板上, 培养 18~24 小时。

铜绿假单胞菌典型菌落呈扁平、无定形、周边扩散、表面湿润, 灰白色, 周

围时有蓝绿色素扩散。如平板上无菌落生长或生长的菌落与上述菌落形态特征不符，判供试品未检出铜绿假单胞菌。如平板生长的菌落与上述菌落形态特征相符或疑似，应挑选 2~3 个菌落，分别接种于营养琼脂培养基斜面上，培养 18~29 小时。取斜面培养物进行革兰染色、镜检及氧化酶试验。

氧化酶试验 取洁净滤纸片置于平皿内，用无菌玻棒取斜面培养物涂于滤纸片上，滴加新配制的 1%二盐酸二甲基对苯二胺试液，在 30 秒内若培养物呈粉红色并逐渐变为紫红色为氧化酶试验阳性，否则为阴性。

若斜面培养物为非革兰阴性无芽孢杆菌或氧化酶试验阴性，均判供试品未检出铜绿假单胞菌。否则，应进行绿脓菌素试验。

绿脓菌素 (*Pyocyanin*) 试验取斜面培养物接种于 PDP 琼脂培养基斜面. 上，培养 24 小时，加三氯甲烷 3~5ml 至培养管中，搅碎培养基并充分振摇。静置片刻，将三抓甲烷相移至另一试管中，加入 1mol/L 盐酸试液约 1ml，振摇后，静置片刻，观察。若盐酸溶液呈粉红色，为绿脓菌素试验阳性，否则为阴性。同时用未接种的 PDP 琼脂培养基斜面同法作阴性对照，阴性对照试验应呈阴性。

若上述疑似菌为革兰阴性杆菌、氧化酶试验阳性及绿脓菌素试验阳性，判供试品检出铜绿假单胞菌。若上述疑似菌为革兰阴性杆菌、氧化酶试验阳性及绿脓菌素试验阴性，应继续进行适宜的鉴定试验，确认是否为铜绿假单胞菌。

(5)金黄色葡萄球菌 (*Staphylococcus aureus*) 取供试液 10ml (相当于供试品 1g, 1ml, 10cm<sup>2</sup>)，直接或处理后接种至适量(不少于 100ml)的亚硫酸钠(钾)肉汤(或营养肉汤)培养基中，培养 18~24 小时，必要时可延长至 48 小时。取上述培养物，划线接种于卵黄氯化钠琼脂培养基或甘露醇氧化钠琼脂培养基的平板上，培养 24~72 小时. 若平板上无菌落生长或生长的菌落不同于表 7 所列特征，判供试品未检出金黄色葡萄球菌。

表 7 金黄色葡萄球菌菌落形态特征

| 培养基      | 菌落形态                              |
|----------|-----------------------------------|
| 甘露醇氯化钠琼脂 | 金黄色，圆形凸起，边缘整齐，外围有黄色环，菌落直径 0.7~1ml |
| 卵黄氯化钠琼脂  | 金黄色，圆形凸起，边缘整齐，外围有卵磷脂分解的乳浊圈，       |

|  |            |
|--|------------|
|  | 菌落直径 1~2mm |
|--|------------|

若平板上生长的菌落与表 7 所列的菌落特征相符或疑似，应挑选 2~3 个菌落，分别接种于营养琼脂培养基斜面上，培养 18~24 小时。取营养琼脂培养基的培养物进行革兰染色，并接种于营养肉汤培养基中，培养 18~24 小时，作血浆凝固酶试验。

血浆凝固酶试验取灭菌小试管 3 支，各加入血浆和无菌水混合液(1:1) 0.5ml，再分别加入可疑菌株的营养肉汤培养物(或由营养琼脂培养基斜面培养物制备的浓菌悬液)0.5ml、金黄色葡萄球菌营养肉汤培养物(或由营养琼脂培养基斜面培养物制备的浓菌悬液)0.5ml, 营养肉汤或 0.9%无菌氯化钠溶液 0.5ml，即为试验管、阳性对照管和阴性对照管。将 3 管同时培养，3 小时后开始观察直至 24 小时。阴性对照管的血浆应流动自如，阳性对照管血浆应凝固，若试验管血浆凝固者为血浆凝固酶试验阳性，否则为阴性。如阳性对照管或阴性对照管不符合规定时，应另制备血浆，重新试验。

若上述疑似菌为非革兰阳性球菌、血浆凝固酶试验阴性，判供试品未检出金黄色葡萄球菌。

(6)梭菌(*Clostridium*) 取供试液 10ml(相当于供试品 1g, 1ml) 2 份，其中 1 份置 80℃保温 10 分钟后迅速冷却。上述 2 份供试液直接或处理后分别接种至 100ml 的梭菌增菌培养基中，置厌氧条件下培养 48 小时。取上述每一培养物 0.2ml，分别涂抹接种于含庆大霉素的哥伦比亚琼脂培养基平板上，置厌氧条件下培养 48~72 小时. 若平板上无菌落生长，判供试品未检出梭菌；若平板上有菌落生长，应挑选 2~3 个菌落分别进行革兰染色和过氧化氢酶试验。

过氧化氢酶试验取上述平板上的菌落，置洁净玻片上，滴加 3%过氧化氢试液，若菌落表面有气泡产生，为过氧化氢酶试验阳性，否则为阴性。

若上述可疑菌落为革兰阳性梭菌，有或无卵圆形或球形的芽孢，过氧化氢酶阴性，判供试品检出梭菌，否则判供试品未检出梭菌。

(7)白色念珠菌(*Caradida slbicans*) 取供试液 10ml(相当于供试品 1g, 1ml, 10cm<sup>2</sup>)直接或处理后接种至适量(不少于 100ml) 的沙氏葡萄糖肉汤培养基中，培养 48~72 小时。取上述培养物划线接种于沙氏葡萄糖琼脂培养基平板上，培养 24~48 小时(必要时延长至 72 小时)。

白色念珠菌在沙氏葡萄糖琼脂培养基上生长的菌落呈乳白色偶见淡黄色，表面光滑有浓酵母气味，培养时间稍久则菌落增大，颜色变深、质地变硬或有皱褶。若平板上无菌落生长或生长的菌落与上述菌落形态特征不符，判供试品未检出白色念珠菌。如平板上生长的菌落与上述菌落形态特征相符或疑似，应挑选 2~3 个菌落分别接种至念珠菌显色培养基平板上，培养 24~48 小时(必要时延长至 72 小时)。若平板上无绿色或翠绿色的菌落生长，判供试品未检出白色念珠菌。

若平板上生长的菌落为绿色或翠绿色，挑取相符或疑似的菌落接种于 1%吐温 80 - 玉米琼脂培养基上，培养 24~48 小时。取培养物进行染色，镜检及芽管试验。

芽管试验 挑取 1%吐温 80 - 玉米琼脂培养基上的培养物，接种于加有一滴血清的载玻片上，盖上盖玻片，置湿润的平皿内，置 35~37℃，1~3 小时，置显微镜下观察，可见到由孢子长出短小芽管。

若上述疑似菌为非革兰阳性菌，显微镜未见厚膜孢子、假菌丝、芽管，判供试品未检出白色念珠菌。

### 结果判断

供试品检出控制菌或其他致病菌时，按一次检出结果为准，不再复试。

供试品的细菌数、霉菌和酵母菌数其中任何一项不符合该品种项下的规定，应从同一批样品中随机抽样，独立复试两次，以 3 次结果的平均值报告菌数。

眼用制剂检出霉菌和酵母菌数时，须以两次复试结果均不得长菌，方可判供试品的霉菌和酵母菌数符合该品种项下的规定。

若供试品的细菌数、霉菌和酵母菌数、控制菌三项检验结果均符合该品种项下的规定，判供试品符合规定；若其中任何一项不符合该品种项下的规定，判供试品不符合规定。

### 稀释液

稀释液配制后，应采用验证合格的灭菌程序灭菌。

1. pH7.0 无菌氯化钠 - 蛋白胨缓冲液照无菌检查法(附录 XI H)制备。
2. pH6.8 无菌磷酸盐缓冲液，pH7.6 无菌磷酸盐缓冲液 按缓冲液(附录 X V D)配制后，过滤，分装，灭菌。

如需要，可在上述稀释液灭菌前或灭菌后加入表面活性剂或中和剂等。

3. 0.9%无菌氯化钠溶液取氯化钠 9.0g，加水溶解使成 1000ml，过滤，分装、灭菌。

培养基及其制备方法

培养基可按以下处方制备，也可使用按该处方生产的符合要求的脱水培养基。配制后，应采用验证合格的灭菌程序灭菌。

1. 营养琼脂培养基、营养肉汤培养基、硫乙醇酸盐流体培养幕、改良马丁培养基及改良马丁琼脂培养基  
照无菌检查法(附录XI H)制备。

2. 玫瑰红钠琼脂培养基

|       |       |      |         |
|-------|-------|------|---------|
| 胨     | 5.0g  | 玫瑰红钠 | 0.0133g |
| 葡萄糖   | 10.0g | 琼脂   | 14.0g   |
| 磷酸二氢钾 | 1.0g  | 水    | 1000ml  |
| 硫酸镁   | 0.5g  |      |         |

除葡萄糖、玫瑰红钠外，取上述成分，混合，微温溶解，滤过，加入葡萄糖、玫瑰红钠，分装，灭菌。

3. 酵母浸出粉胨葡萄糖琼脂培养基(YPD)

|       |       |    |        |
|-------|-------|----|--------|
| 胨     | 10.0g | 琼脂 | 14.0g  |
| 酵母浸出粉 | 5.0g  | 水  | 1000ml |
| 葡萄糖   | 20.0g |    |        |

除葡萄糖外，取上述成分，混合，微温溶解，滤过，加入葡萄糖，分装，灭菌。

4. 胆盐乳糖培养基(BL)

|       |       |          |        |
|-------|-------|----------|--------|
| 胨     | 20.0g | 磷酸氢二钾    | 4.0g   |
| 乳糖    | 5.0g  | 牛胆盐      | 2.0g   |
| 氯化钠   | 5.0g  | (或去氧胆酸钠) | (0.5g) |
| 磷酸二氢钾 | 4.0g  | 水        | 1000ml |

除乳糖、牛胆盐(或去氧胆酸钠)外，取上述成分，混合，微温溶解，调节pH值使灭菌后为 7.4 ± 0.2，煮沸，滤清，加入乳糖、牛胆盐(或去氧胆酸钠)，分装，灭菌。

## 5. 乳糖胆盐发酵培养基

|     |       |              |        |
|-----|-------|--------------|--------|
| 蛋白胨 | 20.0g | 0.04%溴甲酚紫水溶液 | 25ml   |
| 乳糖  | 10.0g | 水            | 1000ml |
| 牛胆盐 | 5.0g  |              |        |

除 0.04%溴甲酚紫水溶液外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为  $7.4 \pm 0.2$ ，加入 0.04%溴甲酚紫指示液，根据要求的用量分装于含倒管的

的试管中。灭菌。所用倒管的规格应保证产气结果的观察。

## 6. 曙红亚甲蓝琼脂培养基 (EMB)

|         |       |        |           |
|---------|-------|--------|-----------|
| 营养琼脂培养基 | 100ml | 曙红钠指示液 | 2ml       |
| 20%乳糖溶液 | 5ml   | 亚甲蓝指示液 | 1.3~1.6ml |

取营养琼脂培养基，加热溶化后，冷至  $60^{\circ}\text{C}$ ，按无菌操作加入灭菌的其他 3 种溶液，摇匀，倾注平皿。

## 7. 麦康凯琼脂培养基 (MacC)

|     |       |          |        |
|-----|-------|----------|--------|
| 胨   | 20.0g | 1%中性红指示液 | 3ml    |
| 乳糖  | 10.0g | 琼脂       | 14.0g  |
| 牛胆盐 | 5.0g  | 水        | 1000ml |
| 氯化钠 | 5.0g  |          |        |

除乳糖、1%中性指示液、牛胆盐及琼脂外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为  $7.2 \pm 0.2$ ，加入琼脂，加热溶化后，再加入其余各成分，摇匀，分装，灭菌，冷至约  $60^{\circ}\text{C}$ ，倾注平皿。

## 8. 4-甲基伞形酮葡萄糖苷酸 (4-methylumbelliferyl- $\beta$ -D-glucuronide, MUG) 培养基

|     |       |           |        |
|-----|-------|-----------|--------|
| 胨   | 10.0g | 磷酸二氛钾(无水) | 0.9g   |
| 硫酸锰 | 0.5mg | 磷酸氢二钠(无水) | 6.2g   |
| 硫酸锌 | 0.5mg | 亚硫酸钠      | 40mg   |
| 硫酸镁 | 0.1g  | 去氧胆酸钠     | 1.0g   |
| 氯化钠 | 5.0g  | MUG       | 75mg   |
| 氯化钙 | 50mg  | 水         | 1000ml |

除 MUG 外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为  $7.3 \pm 0.1$ ，

加入 MUG，溶解，每管分装 5ml，灭菌。

#### 9. 三糖铁琼脂培养基 (TSI)

|       |       |            |        |
|-------|-------|------------|--------|
| 胨     | 20.0g | 硫酸亚铁       | 0.2g   |
| 牛肉浸出粉 | 5.0g  | 硫代硫酸钠      | 0.2g   |
| 乳糖    | 10.0g | 0.2%酚磺酞指示液 | 12.5ml |
| 蔗糖    | 10.0g | 琼脂         | 12.0g  |
| 葡萄糖   | 1.0g  | 水          | 1000ml |
| 氯化钠   | 5.0g  |            |        |

除三种糖、0.2%酚磺酞指示液、琼脂外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为 7.3 ± 0.1，加入琼脂，加热溶化后，再加入其余各成分，摇匀，分装，灭菌，制成高底层 (2~3cm) 短斜面。

#### 10. 四硫磺酸钠亮绿培养基 (TTB)

|     |       |       |        |
|-----|-------|-------|--------|
| 胨   | 5.0g  | 硫代硫酸钠 | 30.0g  |
| 牛胆盐 | 1.0g  | 水     | 1000ml |
| 碳酸钙 | 10.0g |       |        |

取上述成分，混合，微温溶解，灭菌。

临用前，取上述培养基，每 10ml 加入碘试液 0.2ml 和亮绿试液 0.1ml，混匀。

#### 11. 沙门、志贺菌属琼脂培养基 (SS )

|       |       |        |        |
|-------|-------|--------|--------|
| 胨     | 5.0g  | 硫代硫酸钠  | 8.5g   |
| 牛肉浸出粉 | 5.0g  | 中性红指示液 | 2.5ml  |
| 乳糖    | 10.0g | 亮绿试液   | 0.33ml |
| 牛胆盐   | 8.5g  | 琼脂     | 16.0g  |
| 枸橼酸钠  | 8.5g  | 水      | 1000ml |
| 枸橼酸铁铵 | 1.0g  |        |        |

除乳糖、中性红指示液、琼脂外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为 7.2 ± 0.1，滤过，加入琼脂，加热溶化后，再加入其余各成分，摇匀，灭菌，冷至 60℃，倾注平皿。

#### 12. 胆盐硫乳琼脂培养基 (DEL)

|       |       |        |        |
|-------|-------|--------|--------|
| 胨     | 20.0g | 枸橼酸钠   | 1.0g   |
| 牛肉浸出粉 | 3.0g  | 枸橼酸铁铵  | 1.0g   |
| 乳糖    | 10.0g | 中性红指示液 | 3ml    |
| 蔗糖    | 10.0g | 琼脂     | 16.0g  |
| 去氧胆酸钠 | 1.0g  | 水      | 1000ml |
| 硫代硫酸钠 | 2.3g  |        |        |

除糖、指示液及琼脂外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为 7.2 ± 0.1，加入琼脂，加热溶化后，再加入其余成分，摇匀，冷至 60℃ 倾注平皿。

### 13. 溴化十六烷基三甲铵琼脂培养基

|       |       |           |        |
|-------|-------|-----------|--------|
| 胨     | 10.0g | 溴化十六烷基三甲铵 | 0.3g   |
| 牛肉浸出粉 | 3.0g  | 琼脂        | 14.0g  |
| 氯化钠   | 5.0g  | 水         | 1000ml |

除琼脂外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为 7.5 ± 0.1，加入琼脂，加热溶化后，分装，灭菌，冷至 60℃，倾注平皿。

### 14. 亚碲酸盐肉汤培养基

临用前，取灭菌的营养肉汤培养基，每 100ml 中加入新配制的 1%亚碲酸钠(钾)试液 0.2ml，混匀，即得。

### 15. 卵黄氯化钠琼脂培养基

|       |       |           |       |
|-------|-------|-----------|-------|
| 胨     | 6.0g  | 10%氯化钠卵黄液 | 100ml |
| 牛肉浸出粉 | 1.8g  | 琼脂        | 14.0g |
| 氯化钠   | 30.0g | 水         | 650ml |

除 10%氯化钠卵黄液外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为 7.6 ± 0.1，灭菌，待冷至约 60℃，以无菌操作加入 10%氯化钠卵黄液，充分振摇，倾注平皿。

10%氯化钠卵黄液的制备取新鲜鸡蛋 1 个，以无菌操作取出卵黄，放入 10%无菌氯化钠溶液 100ml 中，充分振摇，即得。

### 16. 甘露醇氯化钠琼脂培养基

|   |       |        |       |
|---|-------|--------|-------|
| 胨 | 10.0g | 酚磺酞指示液 | 2.5ml |
|---|-------|--------|-------|

|       |       |    |        |
|-------|-------|----|--------|
| 牛肉浸出粉 | 1.0g  | 琼脂 | 14.0g  |
| 甘露醇   | 10.0g | 水  | 1000ml |
| 氯化钠   | 75.0g |    |        |

除甘露醇、酚磺酞指示液及琼脂外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为 7.4 ± 0.2，加入琼脂，加热溶化后，滤过，分装，灭菌，冷至 60℃，倾注平皿。

#### 17. 乳糖发酵培养基

|    |       |              |        |
|----|-------|--------------|--------|
| 胨  | 20.0g | 0.04%溴甲酚紫指示液 | 25ml   |
| 乳糖 | 10.0g | 水            | 1000ml |

除 0.04%溴甲酚紫指示液外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为 7.2 ± 0.2，加入指示液，分装于含倒管的小试管中，每管 3ml。灭菌。

#### 18. 绿脓菌素(Pyocyanin) 测定用培养基 (PDP 琼脂培养基)

|         |       |    |        |
|---------|-------|----|--------|
| 胨       | 20.0g | 油  | 10ml   |
| 氯化镁(无水) | 1.4g  | 琼脂 | 14.0g  |
| 硫酸钾(无水) | 10.0g | 水  | 1000ml |

取胨、氯化镁、硫酸钾和水混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为 7.3 ± 0.1，加入甘油及琼脂，加热溶化，混匀，分装于试管，灭菌，置成斜面。

#### 19. 梭菌增菌培养基

|       |       |        |        |
|-------|-------|--------|--------|
| 牛肉浸出粉 | 10.0g | 盐酸半胱氨酸 | 0.5g   |
| 胨     | 10.0g | 氯化钠    | 5.0g   |
| 酵母浸出粉 | 3.0g  | 醋酸钠    | 3.0g   |
| 可溶淀粉  | 1.0g  | 琼脂     | 0.5g   |
| 葡萄糖   | 5.0g  | 水      | 1000mL |

取上述成分，混合，加热煮沸使溶解，调节 pH 值使灭菌后为 6.8 ± 0.2，加热溶化，滤过，分装，灭菌。

#### 20. 哥伦比亚琼脂培养基

|          |       |        |       |
|----------|-------|--------|-------|
| 酪蛋白胰酶消化物 | 10.0g | 肉胃酶消化物 | 5.0g  |
| 心胰酶消化物   | 3.0g  | 氯化钠    | 5.0g  |
| 玉米淀粉     | 1.0g  | 琼脂     | 15.0g |

|       |      |   |        |
|-------|------|---|--------|
| 酵母浸出粉 | 5.0g | 水 | 1000ml |
|-------|------|---|--------|

除琼脂外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后为 7.3 ± 0.2，加入琼脂，加热溶化，滤过，分装，灭菌，冷至 45~50℃，加入相当于 20mg 庆大霉素的无菌硫酸庆大霉素，混匀，倾注平皿。

#### 21. 沙氏葡萄糖液体培养基

|     |     |   |        |
|-----|-----|---|--------|
| 葡萄糖 | 40g | 水 | 1000ml |
|-----|-----|---|--------|

|     |     |  |  |
|-----|-----|--|--|
| 蛋白胨 | 10g |  |  |
|-----|-----|--|--|

除葡萄糖外。取上述成分，混合，微温溶解，滤过。加入葡萄糖，溶解，分装，灭菌。

#### 22. 沙氏葡萄糖琼脂培养基

|     |     |    |        |
|-----|-----|----|--------|
| 葡萄糖 | 40g | 琼脂 | 15~18g |
|-----|-----|----|--------|

|     |     |   |        |
|-----|-----|---|--------|
| 蛋白胨 | 10g | 水 | 1000ml |
|-----|-----|---|--------|

除琼脂和葡萄糖外。混合，微温溶解，滤过。加入琼脂和葡萄糖，溶解，分装，灭菌。

#### 23. 念珠菌显色培养基(CHROMagar)

|     |       |    |     |
|-----|-------|----|-----|
| 蛋白胨 | 10.2g | 琼脂 | 15g |
|-----|-------|----|-----|

|     |      |     |        |
|-----|------|-----|--------|
| 氢醌素 | 0.5g | 灭菌水 | 1000ml |
|-----|------|-----|--------|

|    |       |  |  |
|----|-------|--|--|
| 色素 | 22.0g |  |  |
|----|-------|--|--|

除琼脂外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值至 6.3 ± 0.2 滤过加入琼脂，加热煮沸，不断搅拌至琼脂完全溶解，倾注平皿。

#### 24. 1%吐温 80-玉米琼脂培养基

|       |     |    |        |
|-------|-----|----|--------|
| 黄色玉米粉 | 40g | 琼脂 | 10~15g |
|-------|-----|----|--------|

|      |    |   |        |
|------|----|---|--------|
| 聚山梨酯 | 80 | 水 | 1000ml |
|------|----|---|--------|

取玉米粉、吐温 80 及蒸馏水 500ml，混合，65℃加热 30 分钟，混匀，用纱布滤过，补足原水量。取琼脂，水 500ml，混合，加热溶解。将以上两种溶液混合，摇匀，分装，灭菌。

#### 试药

十四烷酸异丙酯 Isopropyl Myristate (C<sub>17</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>=270.46)

本品为无色液体。溶于乙醇、乙醚、丙酮、三氯甲烷或甲苯，不溶于水、甘

油或丙二酐。约 208℃分解。

二盐酸二甲基对苯二胺 N . N-dimethyl-p-phenylenediamine  
dihydrochloride (C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub> • 2HCl=209. 12)

本品为白色或灰白色结晶性粉末；置空气中色渐变暗；易吸潮。在水或乙醇中溶解。

溴化十六烷基三甲铵 Cetyl Trimethylammonium Bromide  
(C<sub>19</sub>H<sub>42</sub>BrN=364. 46)

本品为白色结晶。在水中溶解，在乙醇中微溶，在乙醚中不溶。

中性红 Neutral Red (C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>N<sub>4</sub>O=288. 78)

本品为深绿色或棕黑色粉末。在水或乙醇中溶解。

牛肉浸出粉 Beef Extract Powder

本品为米黄色粉末，在水中溶解。

牛胆盐 Ox Bile Salt

本品为淡黄色或黄棕色粉末，味苦而甜，具吸湿性。在水或醇中易溶。

甘露醇 Mannitol (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>=182. 17)

本品为白色结晶；无臭，味甜。在水中溶解，在乙醇中微溶。

4-甲基伞形酮葡萄糖苷酸 4-Methylumbelliferyl- β -D-glucuronide, MUG  
(C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>O<sub>9</sub>=376. 3)

本品为白色针状结晶。在水、乙醇或乙醚中溶解。在稀氢氧化钠溶液中分解。

去氧胆酸钠 Sodium Deoxycholate (C<sub>24</sub>H<sub>39</sub>NaO<sub>4</sub>=414. 56)

本品为白色结晶性粉末，味苦。易溶于水，微溶于醇，不溶于醚。

亚碲酸钠 Sodium Tellurite (Na<sub>2</sub>TeO<sub>3</sub>=221. 58)

本品为白色粉末。在热水中易溶，在水中微溶。

玫瑰红钠(四氯四碘荧光素钠) Rose Bengal Sodium Salt  
(C<sub>20</sub>H<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>I<sub>4</sub>NaO<sub>5</sub>=1017. 6)

本品为棕红色粉末。在水中溶解，溶液呈紫色，无荧光；在硫酸中溶解，溶液为棕色。

单硬脂酸甘油酸 Glycerol Monostearate (C<sub>21</sub>H<sub>42</sub>O<sub>4</sub>=358. 56)

本品为白色或黄色蜡状。在热有机溶剂或矿物油中溶解，在水中不溶，但与水能乳化。

枸橼酸钠 Sodium Citrate ( $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O=294.10$ )

本品为白色结晶或粉末。在水中易溶，在乙醇中不溶。

枸橼酸铁铵 Ammonium Ferric Citrate ( $C_{12}H_{22}FeN_3O_{14}=488.16$ )

本品为棕红色或绿色鳞片或粉末，易潮解，见光易还原成亚铁。在水中溶解，在醇或醚中不溶。

胰蛋白胨 Tryptone

本品为米黄色粉末。在水中溶解。

硫酸锌 Zinc Sulfate ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O=287.56$ )

本品为白色结晶、颗粒或粉末。在水中易溶，在甘油中溶解，在乙醇中微溶。

硫酸锰 Manganese Sulfate ( $MnSO_4 \cdot H_2O=169.02$ )

本品为粉红色结晶。在水中溶解，在乙醇中不溶。

酪蛋白胰酶消化物（胰酪陈或酪陈）Pancreatic Digest of Casein

本品为黄色或浅黄色颗粒。以干酪素为原料经胰酶水解、活性炭脱色处理、精制而成。

### 试液

二盐酸二甲基对苯二胺试液 取二盐酸二甲基对苯二胺 0.1g，加水 10ml，即得。需新鲜少量配制于，冷处避光保存，如试液变成红褐色，不可使用。

亚碲酸钠(钾)试液 取亚碲酸钠(钾)0.1g，加新鲜煮沸后冷至 50℃ 的水 10ml 使溶解。

玫瑰红钠试液 取玫瑰红钠 0.1g，加水使溶解成 75ml。

亮绿试液 取亮绿 0.1 g，加水 100ml 使溶解。

盐酸试液 取盐酸 8.4ml，加水使稀释成 100ml。

靛基质试液取对二甲氨基苯甲醛 5.0g，加入戊醇(或丁醇)75ml。充分振摇，使完全溶解后，再取浓盐酸 25ml 徐徐滴入，边加边振摇，以免骤热导致溶液色泽变深，或取对二甲氨基苯甲醛 1.0g，加入 95%乙醇 95ml，充分振摇，使完全溶解后，取盐酸 20ml 徐徐滴入。

碘试液 取碘 6g 与碘化钾 5g，加水 20ml 使溶解。

过氧化氢试液 取浓过氧化氢溶液(30% ), 加水稀释成 396 的溶液。临用时配制。

#### 指示液

中性红指示液 取中性红 1.0g, 研细, 加 95%乙醇 60ml 使溶解, 再加水至 100ml.

变色范围 pH6.8~8.0(红→黄)。

亚甲蓝指示液 取亚甲蓝 0.5g, 加水使溶解成 10 抽 1 e

酚磺酞指示液 取酚磺酞 1.0g, 加 1mol/L 氢氧化钠溶液 2.82ml, 使溶解, 再加水至 100ml。

变色范围 pH6.8~8.4(黄→红)。

溴甲酚紫指示液 取溴甲酚紫 1.6g, 加 95%乙醇使溶解成 100ml。

变色范围 pH5.2~6.8(黄→紫)。

曙红钠指示液 取曙红钠 2.0g, 加水使溶解成 100ml。

#### 微生物限度标准

非无菌药品的微生物限度标准是基于药品的给药途径和对患者健康潜在的危害而制订的. 药品的生产、贮存、销售过程中的检验, 原料及辅料的检验, 新药标准制订, 进口药品标准复核, 考察药品质量及仲裁等, 除另有规定外, 其微生物限度均以本标准为依据。

1. 制剂通则、品种项下要求无菌的制剂及标示无菌的制剂应符合无菌检查法规定。

#### 2. 口服给药制剂

细菌数 每 1g 不得过 1000cfu。每 1ml 不得过 100cfu。

霉菌和酵母菌数 每 1g 或 1ml 不得过 100cfu.

大肠埃希菌 每 1g 或 1ml 不得检出。

#### 3. 局部给药制剂

3.1 用于手术、烧伤或严重创伤的局部给药制剂应符合无菌检查法规定。

#### 3.2 眼部给药制剂

细菌数 每 1g 或 1ml 不得过 10cfu。

霉菌和酵母菌数 每 1g 或 1ml 不得检出。

金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌、大肠埃希菌 每 1g 或 1ml 不得检出。

### 3.3 耳、鼻及呼吸道吸入给药制剂

细菌数 每 1g, 1ml 或 10cm, 不得过 100cfu.

霉菌和酵母菌数 每 1g, 1ml 或 10cm<sup>2</sup>不得过 10cfu。

金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌 每 1g, 1ml 或 10 cm<sup>2</sup>不得检出。

大肠埃希菌鼻及呼吸道给药的制剂, 每 1g, 1ml 或 10cm<sup>2</sup>不得检出.

### 3.4 阴道、尿道给药制剂

细菌数 每 1g, 1ml 或 10cm<sup>2</sup>不得过 100cfu。

霉菌和酵母菌数 每 1g, 1.1 或 10cm<sup>2</sup>应小于 10cfu。

金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌、白色念珠菌 每 1g, 1ml 或 14cm<sup>2</sup>不得检出。

### 3.5 直肠给药制剂

细菌数 每 1g 不得过 1000 个。每 1ml 不得过 100cfu。

霉菌和酵母菌数 每 1g 或 1ml 不得过 100cfu。

金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌 每 1g 或 1ml 不得检出。

### 3.6 其他局部给药制剂

细菌数 每 1g, 1ml 或 10cm<sup>2</sup>不得过 100cfu。

霉菌和酵母菌数 每 1g, 1ml 或 10cm<sup>2</sup>不得过 100cfu。

金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌 每 1g, 1ml 或 10cm<sup>2</sup>不得检出。

4. 含动物组织(包括提取物)的口服给药制剂 每 10g 或 10ml 还不得检出沙门菌

5. 有兼用途径的制剂 应符合各给药途径的标准。

6. 霉变、长螨者 以不合格论。

7. 原料及辅料 参照相应制剂的微生物限度标准执行。

