



جمهوری اسلامی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

3217



روش آزمون مقدار فلزات سنگین (سرب قلع) در ظروف مورد مصرف در پزشکی و تعیین حد مجاز آن

چاپ اول

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تنها سازمانی است در ایران که بر طبق قانون میتواند استاندارد رسمی فرآوردهها را تعیین و تدوین و اجرای آنها را با کسب موافقت شورای عالی استاندارد اجباری اعلام نماید. وظایف و هدفهای موسسه عبارتست از: (تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی - انجام تحقیقات بمنظور تدوین استاندارد بالا بردن کیفیت کالاهای داخلی، کمک به بهبود روشهای تولید و افزایش کارائی صنایع در جهت خودکفائی کشور - ترویج استانداردهای ملی - نظارت بر اجرای استانداردهای اجباری - کنترل کیفی کالاهای صادراتی مشمول استاندارد اجباری و جلوگیری از صدور کالاهای

نامرغوب به منظور فراهم نمودن امکانات رقابت با کالاهای مشابه خارجی و حفظ بازارهای بین المللی کنترل کیفی کالاهای وارداتی مشمول استاندارد اجباری به منظور حمایت از مصرف کنندگان و تولیدکنندگان داخلی و جلوگیری از ورود کالاهای نامرغوب خارجی راهنمایی علمی و فنی تولیدکنندگان، توزیع کنندگان و مصرف کنندگان - مطالعه و تحقیق درباره روشهای تولید، نگهداری، بسته بندی و ترابری کالاهای مختلف - ترویج سیستم متریک و کالیبراسیون وسایل سنجش - آزمایش و تطبیق نمونه کالاها با استانداردهای مربوط، اعلام مشخصات و اظهارنظر مقایسه‌ای و صدور گواهی‌نامه‌های لازم) .

موسسه استاندارد از اعضاء سازمان بین المللی استاندارد می باشد و لذا در اجرای وظایف خود هم از آخرین پیشرفتهای علمی و فنی و صنعتی جهان استفاده می نماید و هم شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور را مورد توجه قرار می دهد.

اجرای استانداردهای ملی ایران به نفع تمام مردم و اقتصاد کشور است و باعث افزایش صادرات و فروش داخلی و تأمین ایمنی و بهداشت مصرف کنندگان و صرفه جوئی در وقت و هزینه ها و در نتیجه موجب افزایش درآمد ملی و رفاه عمومی و کاهش قیمتتها می شود.

کمیسیون استاندارد مواد مورد مصرف دندانپزشکی

رئیس		
ملک الکتاب- مینا	دکتر داروساز	اداره کل نظارت بر مواد غذایی و دارویی - وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی
اعضاء		
شایسته- سپهر	دکتر میکروب شناس	دانشگاه الزهرا
هاشمی جوادی- سکینه	مهندس صنایع غذایی	دفتر کل آزمایشگاههای کنترل دارو و غذا - وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی
دبیر		
آریانت- عفت	دکتر داروساز	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مطالب

روش آزمون مقدار فلزات سنگین. (سرب و قلع) در ظروف مورد مصرف در پزشکی. و تعیین حد

مجاز آن

مقدمه

هدف

دامنه کاربرد

اساس آزمون

وسایل

معرفها

روش تهیه معرفها و محلولهای استاندارد

آماده سازی آزمون

روشهای آزمون

گزارش آزمون

بسمه تعالی

پیشگفتار

استاندارد روش آزمون تعیین حد قابل قبول مقدار فلزات سنگین (سرب و قلع) در ظروف مورد مصرف در پزشکی که بوسیله کمیسیون فنی مربوطه تهیه و تدوین شده و در نهمین کمیته ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ 13/10/22 مورد تأیید قرار گرفته، اینک باستناد ماده یک قانون مواد الحاقی به قانون تاسیس موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب آذرماه 1349 بعنوان استاندارد رسمی ایران منتشر می گردد.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع و علوم، استانداردهای ایران در مواقع لزوم مورد تجدیدنظر قرار خواهند گرفت و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها برسد در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه واقع خواهد شد.

بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین چاپ و تجدیدنظر آنها استفاده نمود.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه بشرایط موجود و نیازهای جامعه حتی المقدور بین این استاندارد و استاندارد کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

لذا با بررسی امکانات و مهارتهای موجود و اجرای آزمایش های لازم این استاندارد با استفاده از منابع زیر تهیه گردیده است:

1- استاندارد فارماکوپه انگلستان چاپ سال 1988

2- British Pharmacopeia ,1988

روش آزمون مقدار فلزات سنگین (سرب و قلع) در ظروف مورد

مصرف در پزشکی و تعیین حد مجاز آن

0 - مقدمه

ظروف پلاستیکی مورد مصرف در پزشکی و داروئی معمولاً یک کاپلی مر همراه با مواد کمکی هستند و باید از موادی ساخته شوند که در اثر مجاورت با محتویات ظرف هیچگونه ماده سمی از آنها استخراج نگردد. نوع مواد کمکی تابع نوع ماده پلی مر مصرفی است و عمدتاً ترکیباتی که بعنوان ماده کمکی بکار میروند شامل آنتی اکسیدانها، شکل دهنده ها، چرب کننده ها، پلاستی سائزرها و پایدارکننده ها میباشند.

در مورد پلاستیکهای مورد مصرف در محصولات تزریقی ترکیبات آنتی استاتیک و رنگ بکار برده نمی شود و در آزمون ناخالصیهای مواد پلاستیکی باید دقت زیادی بعمل آید تا هیچگونه خطاهای فیزیکی و شیمیائی پیش نیاید. در این آزمونها PH و حرارت بسیار مهم بوده و باید دستورات آزمون مندرج در این استاندارد کاملاً رعایت گردد.

1- هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش آزمون ناخالصی فلزی (از قبیل سرب و قلع) در ظروف پلاستیکی مورد مصرف در پزشکی و داروئی است که توسط مواد کمکی فلزی وارد فرمول پلاستیک میشوند.

2- دامنه کاربرد

این روش برای اندازه گیری فلزات سنگین (سرب و قلع) در ظروف پلاستیکی پزشکی و داروئی بکار میرود و حد مجاز این فلزات نیز در این استاندارد تعیین می گردد. ظروف

پلاستیکی مورد آزمون در این استاندارد میتوانند بر پایه مواد زیر باشند:
پلی اتیلن، پلی پروپیلن، پلی وینیل کلراید، پلی استیون و مقدار کمی از ترکیبات پلی متیل متا
آکریلات، پلی اتیلن ترفتالات، پلی تترافلوئور اتیلن، آمینو فرمالدئید و پلی آمید.

3- اساس آزمون

3-1- اساس آزمون عبارتست از حل کردن فلزات سنگین مانند سرب و قلع بعد از سوزاندن
نمونه، حل آن در اسید کلریدریک و تهیه محلول رنگی با معرفهای زیر :
- تیواستامید در حضور بافر PH مساوی 3/5 برای کمپلکس قهوه ائی رنگ سرب.
- سولفوریک اسید رقیق و محلول سدیم دو دسیل سولفات و زینگ دیتیول برای کمپلکس
قرمز رنگ قلع
و مقایسه چشمی رنگهای فوق با محلولهای استاندارد سرب و قلع.

4- وسایل

- 4-1- بالن ته گرد با گردن بلند، مخصوص حرارت دادن از جنس پیرکس.
- 4-2- کپسول پلاتین مناسب برای تبخیر.
- 4-3- بن ماری (حمام آبجوش).
- 4-4- ظروف شیشه ای مناسب برای آزمون.
- 4-5- استفاده از دستگاههای حرارتی با اشعه مادون قرمز و در صورت وجود یا حمام
شن.
- 4-6- لوله های نسلر برای مقایسه چشمی.
- 4-7- Ph متر.

5- معرفها

- 5-1- در این آزمونها باید از معرفها خالص آزمایشگاهی و آبمقطر استفاده شود و عبارتند
از:
 - 5-1-1- سولفوریک اسید غلیظ خالص و عاری از سرب.
 - 5-1-2- آب اکسیژنه غلیظ 200حجم
 - 5-1-3- کلریدریک اسید نرمال (36/5گرم در لیتر)
 - 5-1-4- معرف تیواستامید
 - 5-1-5- بافر استات با PH 3/5
 - 5-1-6- محلول استاندارد سرب 10 PPM

5-1-7- سولفوریک اسید 20 درصد (حجم)

5-1-8- محلول سدیم دو دسیل سولفات¹

5-1-9- محلول معرف زنیک دی تیول.

5-1-10- قلع به صورت دانه های ریز (گرانول)²

5-1-11- تیوگلیکولیک اسید تجارتي³ (مرکابتواستیک اسید با وزن ملکولی 92/12 با

فرمول $(\text{HS-CH}_2)_2\text{COOH}$ ، این اسید بیرنگ با بوی نامطبوع است و بطور غلیظ بکار میرود.

5-1-12- محلول استاندارد قلع 5 Ppm

5-1-13- اسید استیک گلاسیال

6- روش تهیه معرفها و محلولهای استاندارد

6-1- تهیه محلول معرف تیواستامید. ابتدا یک مخلوط شامل 15 میلی لیتر سدیم

هیدروکساید (40 گرم در لیتر) و 5 میلی لیتر آب مقطر خالص و 20 میلی لیتر گلیسرین

85 درصد تهیه کنید. از مخلوط فوق یک میلی لیتر بردارید و بآن 0/2 میلی لیتر از معرف دی

استامید 4 درصد (وزن به حجم) اضافه کنید. در حمام آبجوش 20 ثانیه حرارت دهید،

سپس خنک کرده و فوراً مصرف نمائید.

6-2- محلول بافر استات با PH 3/5-14 گرم استات پتاسیم را با 20/5 میلی لیتر استیک

اسید گلاسیال مخلوط کرده با آبمقتر خالص به حجم یک میلی لیتر برسانید و PH آنرا

کنترل کنید.

6-3- محلول زنیک دی تیول - مقدار 200/ میلی گرم از کمپلکس تولوئن - 3، 4- دی تیول⁴

و زنیک (روی) را در یک بالن ژوژه 100/ میلی لیتری با مقدار کمی از محلول الکلی وزن به

حجم سدیم هیدروکساید یک درصد⁵ مخلوط و یک میلی لیتر از محلول تیوگلیکولیک اسید

تجارتي بآن اضافه کنید، سپس آنرا با محلول الکلی سود یاد شده به حجم 100/ میلی لیتر

برسانید.

یادآوری - این محلول باید تازه و بلافاصله مصرف شود.

6-4- محلول استاندارد سرب - ابتدا یک محلول استاندارد سرب غلیظ ساخته و سپس به

ترتیب زیر آنرا رقیق نمائید.

برای این منظور 800/ میلی گرم نیترات سرب را در کمی آب مقطر دوباره تقطیر شده و

2 میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ حل کرده و با آب مقطر به حجم 250 میلی لیتر برسانید.

سپس یک میلی لیتر از محلول فوق را با آب در بالن ژوژه تا 100 میلی لیتر رقیق کنید. این محلول حاوی 20 PPM سرب میباشد و برای تهیه استاندارد سرب 10 PPM در موقع کار میتوان این محلول را تا حجم 3 برابر رقیق کرد. غلظت سرب در محلول نهائی معادل 10 PPM است.

5-6- محلول غلیظ استاندارد قلع (محلول ذخیره) - مقدار 100 میلی گرم از دانه های ریز قلع را در یک بالن ژوژه 500 میلی لیتری بریزید، سپس مقدار 20 میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ بآن اضافه کنید، حرارت دهید تا بخارات آن خارج شود، زیر شیر آب سرد کنید با احتیاط قطره قطره 150 میلی لیتر آب بآن بیفزائید، مجددا آنرا سرد کنید. سپس 65 میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ بآن افزوده و بعد از سرد کردن حجم محلول را با آب مقطر به 500 میلی لیتر برسانید. این محلول برای تهیه استاندارد قلع بکار میرود (محلول ذخیره).

6-6- محلول استاندارد قلع - در یک بالن ژوژه 100 میلی لیتری 2/5 میلی لیتر از محلول غلیظ استاندارد قلع مندرج در بند (5-6) بریزید و حجم آنرا با آب مقطر به 100 میلی لیتر برسانید. یک میلی لیتر از این محلول حاوی 5 میکروگرم قلع است (5 PPM)

7- آماده سازی نمونه

ابتدا ظرف را از محتویات آن خالی و با آب مقطر تازه تهیه شده کاملاً بشوئید. سپس خشک کنید و قسمت هائی را که بر روی آن هیچگونه علامت چاپ نباشد به قطعات خیلی کوچک ببرید و مقدار 2/5 گرم از بریده های آن را در یک بالن ته گرد گردن بلند بریزید، 20/0 میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ خالص بآن افزوده و مدت 10-5 دقیقه آنرا روی شعله غیرمستقیم حرارت دهید. سپس قطره قطره آب اکسیژنه 200/ حجم به محلول گرم افزوده تا بتدریج بی رنگ شود. بعد از افزودن هر قطره آب اکسیژنه بگذارید تا بخارات SO₃ از محیط خارج شود (این عملیات باید در زیر هود انجام شود).

بالن را با آرامی سرد کنید و محتویات بالن را با 10/ میلی لیتر آب خالص عاری از فلزات سنگین به ظرف پلاتین مناسب (ظرف مناسب دیگری) منتقل کرده و آنرا بطور ملایم حرارت دهید تا خشک شود. برای خشک کردن میتوانید از خشک کن مادون قرمز یا حمام شن استفاده کنید. باقیمانده کپسول را در 10/ میلی لیتر کلریدریک اسید نرمال حل کنید، در صورت لزوم آنرا صاف و حجم آنرا به 25 میلی لیتر برسانید (محلول A)

8- روشهای آزمون

8-1- روش آزمون حد مجاز سرب - دو لوله 25 میلی لیتری آزمایشگاهی را که با شماره های A و B مشخص شده است انتخاب کنید در لوله A 1/2 میلی لیتر از معرف تیواستامید

را و 10 میلی لیتر از محلول A بریزید. سپس 2 میلی لیتر از محلول بافر استات با 3/5 PH اضافه و فوراً مخلوط را بهم بزنید و بگذارید بمدت 2 دقیقه بحال خود بماند. محلول قهوه ای رنگی در صورت وجود سرب ظاهر می شود که نشان دهنده وجود سرب در آزمون است و همزمان با این آزمون در لوله b 5 میلی لیتر استاندارد سرب (10 PPM) را با 5 میلی لیتر آب مقطر و 1/2 میلی لیتر تیواستامید و 2 میلی لیتر محلول بافر استات با 3/5 Ph مخلوط کرده و فوراً بهم بزنید و بگذارید بمدت دو دقیقه بحال خود بماند. لوله ها را در یک زمینه سفید قرار داده و شدت رنگ آنها از طریق چشمی مقایسه کنید. 8-1-1- در صورتیکه شدت رنگ لوله A (آزمونه) مساوی یا کم رنگ تر از لوله B باشد نمونه مورد قبول است. که در این صورت حداکثر مقدار مجاز سرب 10 PPM میباشد. 8-2- روش آزمون حد مجاز قلع

8-2-1- دو لوله 25 میلی لیتری آزمایشگاهی که با شماره های A و B مشخص شده است انتخاب کنید در لوله A ده میلی لیتر از محلول A بریزید، سپس 5 میلی لیتر سولفوریک اسید 20 درصد (حجم به حجم) و یک میلی لیتر محلول سدیم دو دسیل سولفات یک درصد و یک میلی لیتر معرف زنیک دی تیول بآن بیافزائید. این محلول را دقیقاً بمدت یک دقیقه روی بن ماری (حمام آب جوش) حرارت دهید. بگذارید به مدت 30 دقیقه در حرارت اطاق سرد شود. پس از این مدت رنگ قرمزی حاصل از کمپلکس فوق به دست می آید. همزمان با این آزمون در لوله B ده میلی لیتر از محلول استاندارد رقیق قلع بریزید و عملیات انجام شده مانند لوله A روی آن تکرار کنید.

8-2-2- در صورتیکه شدت رنگ لوله A و (آزمون) مساوی یا کم رنگ تر از لوله B باشد نمونه مورد قبول است که در این صورت حداکثر مقدار مجاز قلع 5 PPM میباشد.

9- گزارش آزمون

9-1- گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد:

9-1-1- شماره استاندارد مورد قبول بعنوان استاندارد ماخذ :

9-1-2- تاریخ انجام آزمون

9-1-3- مشخصات کامل نمونه مورد آزمون و نام تولیدکننده، کشور آن، شماره سری و

تاریخ انقضای مصرف در صورت وجود.

9-1-4- تعداد نمونه ها و محل نمونه برداری

9-1-5- قابل قبول بودن نمونه از نظر میزان یون سرب و قلع.

1-Sodium Dodecyl Sulfate

2-Zinc Dithiol Reagent

3-Thioglycolic Acid (Mercapto Acetic Acid)

4-Toluene-3,4-Dithiol

5-محلول سدیم هیدروکسایدیک درصد محتوی 0/025 میلی لیتر متانول 96درصد است



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

3217



Limit test for heavy metal

First Edition