

3202 汞类防腐剂残留量测定法（标准草案）

1 对照品溶液的制备

取置硫酸干燥器中干燥至恒重的二氯化汞 0.1354g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加 0.5mol/L 硫酸溶液使溶解并稀释至刻度，摇匀，即为对照汞贮备液。

临用前精密量取对照汞贮备液 5.0ml 置 100ml 量瓶中，用 0.5mol/L 硫酸溶液稀释至刻度，摇匀，即为 1.0ml 相当于 50 μ g 汞的对照汞溶液。

2 测定法

2.1 油乳剂疫苗消化 用经标定的 1.0ml 注射器（附 15cm 长针头）正确量取摇匀的被检品 1.0ml，置 25ml 凯氏烧瓶（瓶口加小漏斗）底，加硫酸 3.0ml、硝酸溶液（1 $\rightarrow$ 2）0.5ml，小心加热，待泡沸停止，稍冷，加硝酸溶液（1 $\rightarrow$ 2）0.5 $\sim$ 1.0ml，再加热消化，如此反复加硝酸溶液（1 $\rightarrow$ 2）0.5 $\sim$ 1.0ml 消化，加热达白炽化，继续加热 15 分钟后，溶液与上次加热后的颜色无改变为止，置冷（溶液应无色），加水 20ml，置冷至室温，即得。

2.2 其他疫苗消化 精密量取摇匀的被检品（约相当于汞 25 $\sim$ 50 μ g）置 25ml 凯氏烧瓶（瓶口加小漏斗）中，加硫酸 2.0ml、硝酸溶液（1 $\rightarrow$ 2）0.5ml，加热沸腾 15 分钟，如果溶液颜色变深，再加硝酸溶液（1 $\rightarrow$ 2）0.5 $\sim$ 1.0ml，加热沸腾 15 分钟，置冷，加水 20ml，置冷至室温，即得。

2.3 滴定 将上述消化液由凯氏烧瓶转移置 125ml 分液漏斗中，用水分多次洗涤凯氏烧瓶，使总体积为 80ml，加 20% 盐酸羟胺试液 5.0ml，摇匀，用 0.00125% 双硫腙滴定液滴定，开始时每次滴加 3.0ml 左右，以后逐渐减少，至每次 0.5ml，最后可减少至 0.2ml，每次加入滴定液后，强烈振摇 10 秒，静置分层，弃去四氯化碳层，继续滴定，直至双硫腙的绿色不变，即为终点。

2.4 对照品滴定 精密量取对照品溶液 1.0ml（含汞 50 μ g），置 125ml 分液漏斗中，加硫酸 2.0ml、水 80ml、20% 盐酸羟胺溶液 5.0ml，用双硫腙滴定液滴定，操作同 2.3。

2.5 计算

$$\text{汞类含量 \% (g/ml)} = \frac{\text{供试品滴定毫升数}}{\text{对照品滴定毫升数}} \times \frac{0.000101}{\text{供试品毫升数}} \times 100\%$$

以上计算公式用于非油乳剂疫苗，油乳剂疫苗应为上述公式结果再除以 0.6。

附注：溶液的配制

1 0.05% 双硫腙浓溶液 取双硫腙 50mg，加三氯甲烷 100ml 使溶解，即得。本品应置棕色瓶内，在冷暗处保存。

2 0.00125% 双硫腙滴定液 取 0.05% 双硫腙浓溶液 2.5ml，用四氯化碳稀释至 100ml，即得。本液应临用前配制。

3 20% 盐酸羟胺试液 取盐酸羟胺 1.0g，加水 5.0ml 使溶解，即得。