

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY/T XXXX—20XX

医疗器械用预灌封注射器的通用要求和检测方法

General requirements and test methods for prefilled syringes for medical devices

(报批稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

国家药品监督管理局 发布

目 次

前 言 I

引 言 错误!未定义书签。

1 范围 2

2 规范性引用文件 2

3 术语和定义 2

4 结构 2

5 组件和材料 1

6 物理要求 1

7 化学要求 3

8 生物要求 3

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家药品监督管理局提出。

本文件由医疗器械包装标准化技术归口单位（SMD/TU 011）归口。

本文件起草单位：山东省医疗器械和药品包装检验研究院。

本文件主要起草人：。

医疗器械用预灌封注射器的通用要求和检测方法

1 范围

本文件给出了医疗器械用预灌封注射器的通用要求和检测方法。

本文件适用于由巢盒包装无菌供应的医疗器械用半组装预灌封注射器，以及预灌封注射器，非无菌供应的医疗器械用预灌封注射器可以参考使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 15811-2016

YY/T 0916.7-2024

《中国药典》2020年版 四部

GB/T 14233.1-2022

GB/T 14233.2

GB 18278.1

GB 18279.1

GB 18280.1

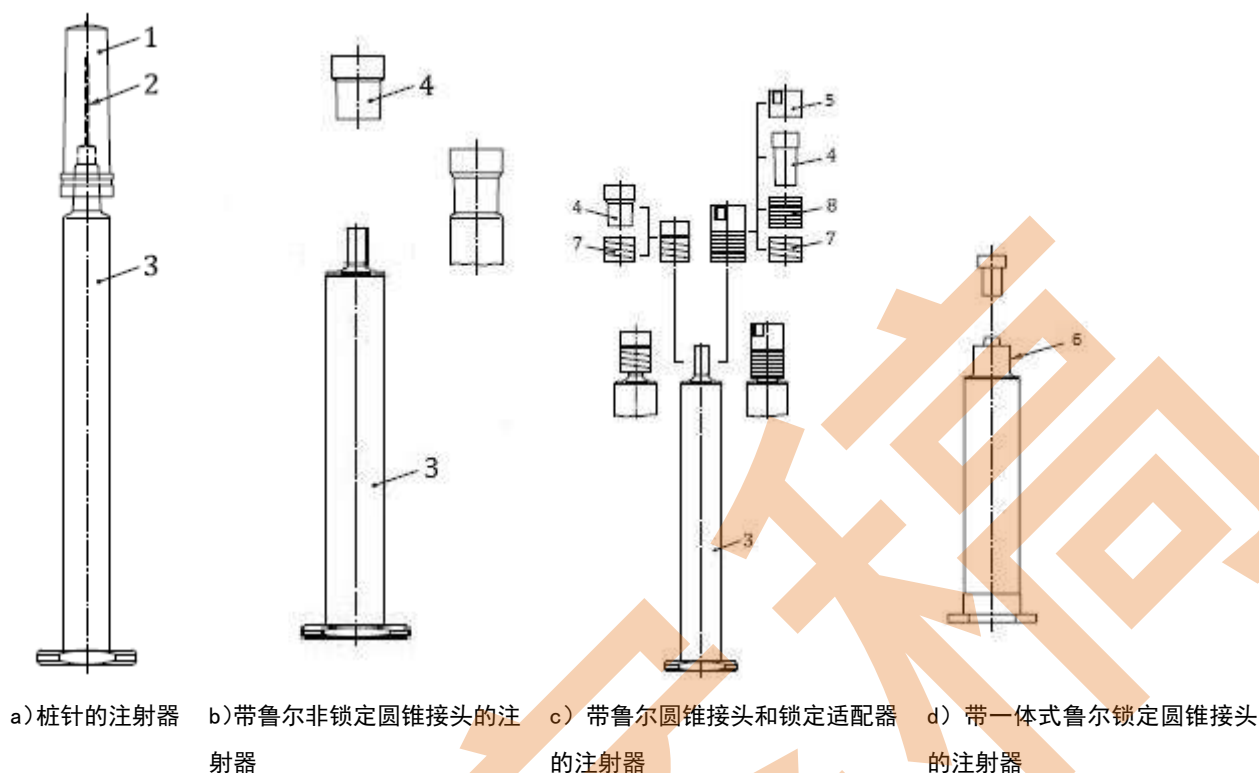
3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 结构

医疗器械用预灌封注射器由半组装预灌封注射器、活塞、推杆、助推器（如有）组成。

半组装预灌封注射器由套筒和护帽组成。半组装预灌封注射器型式示例如图1所示。



标引序号说明:

1—针头护帽;

2—针;

3—注射器套筒;

4—锥头护帽;

5—保护性防盗(开启证据)帽;

6—一体式鲁尔锁定圆锥接头;

7¹—鲁尔锁定适配器

8¹—半刚性卡圈

注 1: 7 和 8 通常为—体结构, 即鲁尔锁定适配器卡圈

图 1 典型的半组装预灌封注射器示例

5 组件和材料

5.1 活塞、护帽和套筒应符合药用要求。

5.2 制造不锈钢针的针管应符合GB/T 18457-2015的要求。

注: 针管的每一生产批应有刚性、韧性和耐腐蚀性信息。

6 物理要求

6.1 不锈钢针(如适用)

6.1.1 外观

在300 lx~700 lx照度下, 用正常或矫正视力在不经放大条件下观察针管表面, 应清洁, 无异物, 针管应平直。

6.1.2 连接牢固度

应符合 GB 15811-2016 中 6.4 的要求。

6.1.3 针孔畅通性

应符合 GB 15811-2016 中 6.5 的要求。

6.2 鲁尔圆锥接头（如适用）

6.2.1 一般要求

应符合 YY/T 0916.7-2024 的要求。

6.2.2 鲁尔锁定适配器卡圈拔出力

按附录 A.1 进行试验，适配器卡圈应承受至少 22N 的拔出力不与套筒脱离。

6.2.3 鲁尔锁定适配器卡圈抗扭力

按附录 A.2 进行试验，最小抗扭力应符合制造商的规定。

6.3 护帽

6.3.1 护帽与套筒的密封性

按附录 B.1 进行试验，试验后供试样品护帽应未脱落，护帽外表面周围无可见液滴（表面湿润）。

6.3.2 护帽拔出力

适用于锥头护帽。按附录 C.1 进行试验，护帽拔出力应符合制造商的规定。

6.3.3 护帽旋开扭矩

适用于鲁尔锁定半刚性锥头护帽。按附录 C.2 进行试验，护帽旋开扭矩应符合制造商的规定。

6.4 套筒

6.4.1 外观

6.4.1.1 在 300 lx~700 lx 照度下，用正常或矫正视力通过肉眼观察，套筒与内容物接触的表面应清洁、无异物。

6.4.1.2 玻璃套筒应无裂缝或裂痕，卷边应无变形，外表面应无斑点、污点、擦痕。塑料套筒不应有毛边、毛刺、塑流、缺损。

6.4.1.3 套筒应有足够的透明度，能清晰地看到基准线。

6.4.2 刻度容量允差（如适用）

刻度上的允差应符合制造商的规定。

6.4.3 法兰耐破损性

按附录 D.1 进行试验，套筒应有适宜的法兰耐破损性，法兰断裂时的最大力值应 $\geq 35\text{N}$ 。

6.4.4 鲁尔锥头耐破损性

按附录 D.2 进行试验，套筒应有适宜的鲁尔锥头耐破损性，鲁尔锥头断裂时的最大力值应 $\geq 30\text{N}$ 。

6.5 性能

6.5.1 活塞与推杆的配合性

将推杆和活塞连接，把活塞完全插入装有标示装量一半水的预灌封注射器内，排除空气，装配护帽，缓慢向后撤出约 3mm 的距离。推杆应保持稳定，不应与活塞分离。

6.5.2 活塞与套筒的密封性

按附录 B.2 进行试验，不得有通过活塞的液体泄漏。

6.5.3 滑动性能

将推杆和活塞连接后放入套筒中，将套筒固定在材料试验机上，以 $100\text{mm}/\text{min} \pm 5\text{mm}/\text{min}$ 或其他适宜的速度推动推杆，使活塞滑动的初始力和活塞继续滑动的平均力应符合制造商的规定。

6.5.4 残留容量

取本品适量，用精度 0.1mg 的天平，称取空预灌封注射器重量 (W_0)，吸入 $20^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 标示装量的水，仔细排出所有气泡，擦干预灌封注射器外表面，推动活塞将水排除（不排尽针头或锥头内的液体），重新称量预灌封注射器重量 (W_1)， $W_1 - W_0$ 即为残留体积，应符合制造商的规定。

6.5.5 不溶性微粒

按《中国药典》2020 年版 四部 0903 不溶性微粒检查法进行试验， $\geq 10\ \mu\text{m}$ 的微粒应不大于 600 粒/支， $\geq 25\ \mu\text{m}$ 的微粒应不大于 60 粒/支。

7 化学要求

7.1 硅油量

按附录 E 进行试验，硅油量应符合制造商的规定。

7.2 钨残留（如适用）

按附录 F 进行试验，钨残留应符合制造商的规定。

7.3 环氧乙烷残留量

如采用环氧乙烷灭菌，需考虑环氧乙烷对患者带来的风险以及对内容物产生的影响。按 GB/T 14233.1-2022 进行试验，每支样品的环氧乙烷残留量应小于 $5\mu\text{g}$ 。

8 生物要求

8.1 无菌

每一巢盒包装的半组装预灌封注射器应选择适宜的方法进行灭菌，应对灭菌过程进行确认和常规控制，以保证产品上的细菌存活概率小于 10^{-6} 。灭菌过程的确认应形成文件。

注：GB/T 14233.2 中规定了无菌试验方法，该方法适用于型式检验而不适用于出厂检验。适宜的灭菌和出厂无菌检验方法见 GB 18278.1、GB 18279.1 或 GB 18280.1。

8.2 细菌内毒素

按 GB/T 14233.2 规定的方法试验，细菌内毒素应不超过 $0.25\ \text{EU}/\text{mL}$ 。

附录 A
(规范性附录)
预灌封注射器适配器卡圈牢固度的试验方法

A.1 适配器卡圈拔出力

A.1.1 原理

A.1.2 仪器和试剂

A.1.2.1 材料试验机或能满足本试验要求的其他装置，仪器的示值误差应在实际值的 $\pm 1\%$ 以内。

A.1.2.2 注射器夹具/底板，用于固定注射器套筒法兰端，见图 A.1。

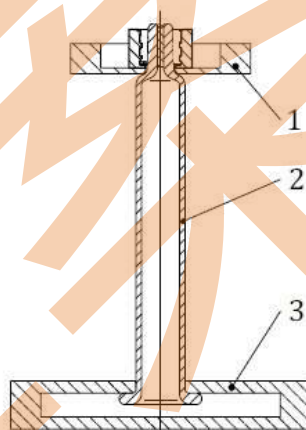
A.1.2.3 拉拔装置，用于拉拔适配器卡圈，见图 A.1。

A.1.3 步骤

取下锥头护帽，将供试样品垂直放置，使适配器卡圈朝上置于与材料试验机连接的拉拔装置上，注射器法兰置于注射器夹具/底板中。试验装配完成后应确保注射器夹具/底板未对注射器法兰施力，且当适配器卡圈受到轴向拉力时注射器能够被注射器夹具/底板限位。将力传感器载荷设置为“零”。试验速率设置为 20mm/min（或其他适宜的速率），开始试验。记录力和位移曲线。在适配器卡圈从注射器锥头上明显脱出后，停止试验。

A.1.4 结果表示

试验结果以力-位移曲线中的峰值力为注射器适配器卡圈的拔出力。



说明：

1— 与材料试验机连接的拉拔装置；

2— 带有适配器卡圈的注射器；

3— 注射器夹具/底板。

图 A.1 用于测定鲁尔锁定适配器卡圈拔出力的试验装置示

A.2 适配器卡圈抗扭力测定法

A.2.1 原理

A.2.2 仪器和试剂

A.2.2.1 扭矩仪，带有一个旋转装置（见图 A.2）；仪器的示值误差应在实际值的 $\pm 5\%$ 以内；转速为 20r/min（或其他适宜的转速）。

注：在本试验中，旋转注射器套筒，或旋转适配器卡圈。

A.2.2.2 夹持器，用于夹持鲁尔锁定适配器卡圈。

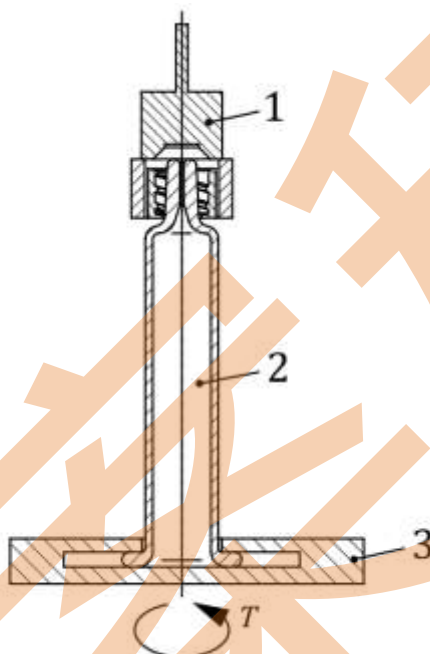
A. 2. 2. 3 拉拔装置，用于拉拔适配器卡圈，见图 A. 2。

A. 2. 3 步骤

将供试样品垂直插入试验装置的注射器夹具中，见图 A. 2。去除锥头护帽，用夹持器夹住鲁尔锁定适配器卡圈。将扭矩传感器设置为“零”。应注意勿施加显著的预扭矩。将转速设置为 20r/min（或其他适宜的转速）。开始试验，使适配器卡圈顺时针旋转或逆时针旋转 90°（或视情况确定旋转角度）。记录施加扭矩的峰值。

A1. 4 结果表示

记录最大扭矩峰值，即鲁尔锁定适配器卡圈在注射器上开始旋转时的扭矩。



说明：

- 1—含扭矩传感器的鲁尔锁定适配器夹持器；
- 2—带有鲁尔锁定适配器的注射器；
- 3—注射器夹具/底板（可旋转）。

图 A. 2 用于测定鲁尔锁定适配器卡圈抗扭力的试验装置示例

附录 B
(规范性附录)
预灌封注射器组件密封性的试验方法

B.1 护帽与套筒的密封性

B.1.1 原理

B.1.2 仪器和试剂

B.1.2.1 压力施加装置 材料试验机或通过压缩空气加压的装置。

注：当壁摩擦可忽略时[按公式 (B.1) 计算试验力值，施加此力值后注射器内部压力在目标内压 95%以上时]，可使用材料试验机（见图 B.1.a）施加压力。如果不能忽略壁摩擦，则优先考虑图 B.1.b 中所示的试验，在该试验中，通过在填充介质上施加压缩空气，在护帽上施加压力。

B.1.2.2 注射器夹具。

B.1.2.3 活塞和活塞推杆。

B.1.3 步骤

试验应在护帽装配至少 12h 后进行。试验前应注意不要损坏或松开护帽。

方法 a：将供试样品放入夹具中固定（见图 B.1.a）。将供试样品中充装 1/3~2/3 标示装量的水。将活塞和推杆组装，装入套筒内。通过对推杆施加按公式 (B.1) 计算的载荷而使套筒内的压力达到 110kPa，并保持此压力 5s。在试验期间和试验后检查供试样品护帽是否脱落以及泄漏情况。

可根据试验力值与注射器套筒横截面积之间的相关性，由公式 (B.1)、公式 (B.2) 和公式 (B.3) 计算确定注射器的试验力值：

$$F = p \times A \quad (B.1)$$

其中

$$A = \frac{\pi}{4} \times d^2 \quad (B.2)$$

则

$$F = p \times \frac{\pi}{4} \times d^2 \times 10^{-3} \quad (B.3)$$

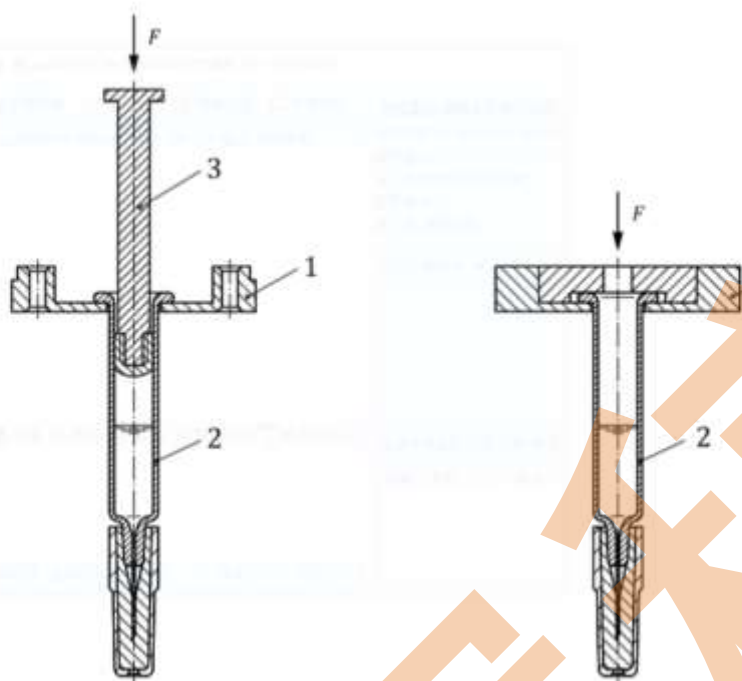
式中 F 为试验力值，N；

p 为目标内压，kPa（即 110kPa）；

A 为注射器套筒内的横截面积，mm²；

d 为注射器套筒的标称内径，mm。

方法 b：将供试样品放入夹具中固定（见图 B.1.b）。将供试样品中充装 1/3~2/3 标示装量的水。封闭注射器末端，同时在末端留出加压气道。向注射器内施加 110kPa 的压力，并保持此压力 5s。在试验期间和试验后检查供试样品护帽是否脱落以及泄漏情况。



说明:

- 1—注射器夹具;
- 2—带护帽的注射器;
- 3—活塞推杆和活塞。

a. 通过活塞推杆和活塞施加压力 b. 直接对充装介质施加压缩空气提供压力

图 B.1 用于检查护帽与套筒密封性的试验装置示例

B.2 活塞与套筒的密封性

B.2.1 原理

B.2.2 仪器和试剂

B.2.2.1 施加侧向力于注射器推杆的装置，力值范围 0.25~3 N。

B.2.2.2 施加轴向力于套筒和/或推杆的装置，可产生 200 kPa 和 300 kPa 的压力。

B.2.3 步骤

将超过预灌封注射器标示装量的水抽入注射器。排出空气并将注射器中的水量调节至标示装量处。将注射器套筒锥孔/针孔连接压力表并封堵。从垂直于推杆的角度向按手施加侧向力，力的大小应符合表 B.1 的规定，使推杆定位在与轴向活塞成最大偏转的位置。向注射器施加轴向力，通过活塞和套筒的相对运动产生表 B.1 所规定的压力。将此压力保持 (30 ± 5) s。检查注射器是否有通过活塞的液体泄漏，但允许密封圈之间出现液体。

表 B.1 注射器活塞与套筒密封性试验力值

注射器套筒的标示装量, ml	侧向力 ($\pm 5\%$), N	轴向压力 ($\pm 5\%$), kPa
$V < 2$	0.25	300
$2 \leq V < 5$	1.0	300
$5 \leq V < 20$	2.0	300
$V \geq 20$	3.0	200

附录 C
(规范性附录)
预灌封注射器护帽开启性能的试验方法

C.1 护帽拔出力

C.1.1 原理

C.1.2 仪器和试剂

C.1.2.1 材料试验机或能满足本试验要求的其他装置 仪器的示值误差应在实际值的 $\pm 1\%$ 以内。

C.1.2.2 注射器夹具/底板, 用于固定注射器套筒法兰端, 见图 C.1 和图 C.2。

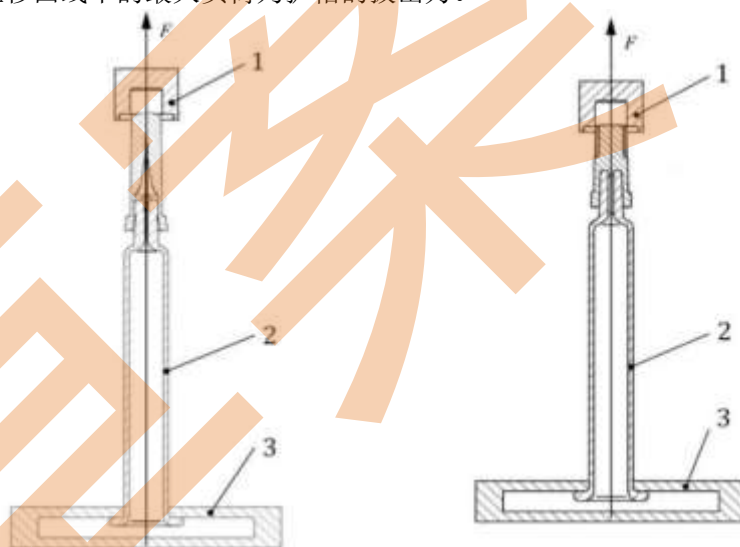
C.1.2.3 护帽夹持器/拉拔装置, 用于夹持/拉拔护帽, 见图 C.1/图 C.2。

C.1.3 步骤

将供试样品垂直放置, 使护帽朝上置于与材料试验机连接的夹持器 (见图 C.1) 或拉拔装置 (见图 C.2) 上。图 C.1 中夹持器对护帽施加夹持力, 使护帽不会滑动, 且尽可能不产生变形。图 C.2 拉拔装置应避免对套筒的锥头施力。在注射器未受限制的情况下, 将力传感器载荷设置为“零”。将注射器法兰置于注射器夹具/底板中, 使注射器在受到轴向拉力时被注射器夹具/底板限位。试验速率设置为 100mm/min (或其他适宜的速率), 试验机应记录力和位移曲线。当护帽从注射器锥头完全拔出后, 停止试验。

C.1.4 结果表示

试验结果以力-位移曲线中的最大负荷为护帽的拔出力。



说明:

1— 与材料试验机连接的夹持器;

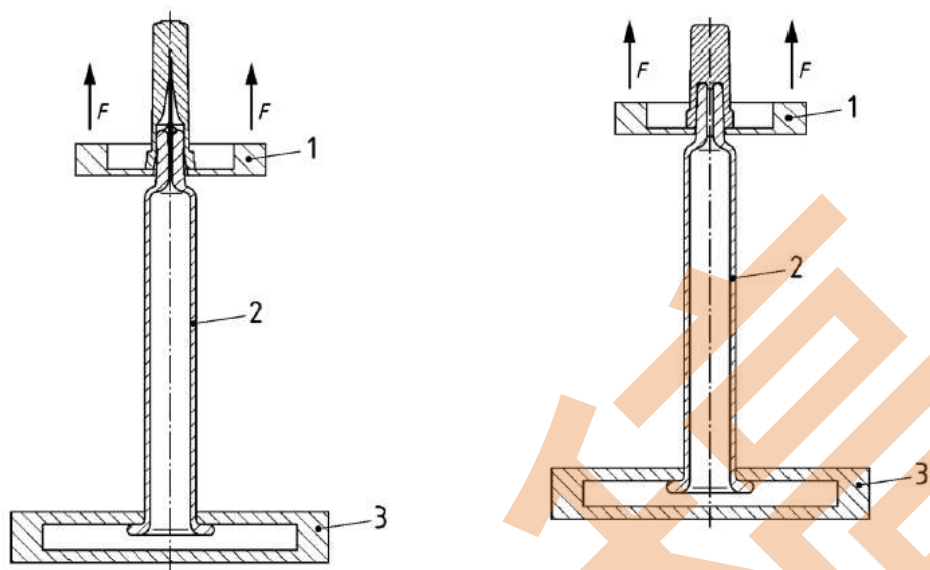
2— 带护帽的注射器;

3— 注射器夹具/底板。

a. 带针头护帽的注射器

b. 带锥头护帽的注射器

图 C.1 用于测定护帽拔出力的试验装置示例 1



说明：

- 1—与材料试验机连接的拉拔装置；
- 2—带锥头护帽的注射器；
- 3—注射器夹具/底板。

a. 带针头护帽的注射器

b. 带锥头护帽的注射器

图 C.2 用于测定护帽拔出力的试验装置示例 2

C.2 鲁尔锁定半刚性锥头护帽旋开扭矩

C.2.1 原理

C.2.2 仪器和试剂

C.2.2.1 扭矩仪，带有一个旋转装置；仪器的示值误差应在实际值的 $\pm 5\%$ 以内；转速为 20r/min（或其他适宜的转速）。

注：在本试验中，可旋转注射器套筒，或旋转锥头护帽。

C.2.2.2 夹持器，用于夹持锥头护帽。

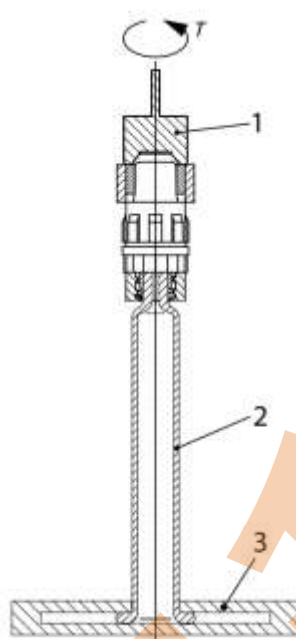
C.2.2.3 注射器夹具，如果选择旋转注射器套筒，则夹具可旋转。

C.2.3 步骤

将供试样品垂直插入试验装置的注射器夹具中（见图 C.3）。用夹持器夹住与注射器连接的锥头护帽。将扭矩传感器设置为“零”。应注意勿施加显著的预扭矩。将转速设置为 20r/min（或其他适宜的转速）。开始试验，使锥头护帽按照旋开方向旋转 90° （或视情况确定旋转角度）。记录施加扭矩的峰值。

C.2.4 结果表示

记录最大扭矩峰值，即锥头护帽在注射器上开始旋转时的扭矩。



说明：

1—含扭矩传感器的夹持器（可旋转）；

2—带锥头护帽的注射器；

3—注射器夹具/底板。

图 C. 3 用于测定鲁尔锁定半刚性锥头护帽旋开扭矩的试验装置示例

附录 D
(规范性附录)
预灌封注射器套筒耐破损性的试验方法

D.1 法兰耐破损性

D.1.1 原理

该试验用于通过在已置于法兰下方的量筒座中的注射器套筒上施加力来测定法兰耐破损性。

D.1.2 材料

供试注射器套筒。

D.1.3 仪器

D.1.3.1 通用材料试验机（对于高水平耐破损性，应注意工作台整体刚度）符合以下要求：

- 负荷传感器 2 500 N 或适宜于被测量力；
- 试验速度为 100 mm/min 或适宜的速度；
- 采样频率至少为 100 Hz。

注：负荷传感器、试验速度和采样频率的定义由制造商和客户商定。

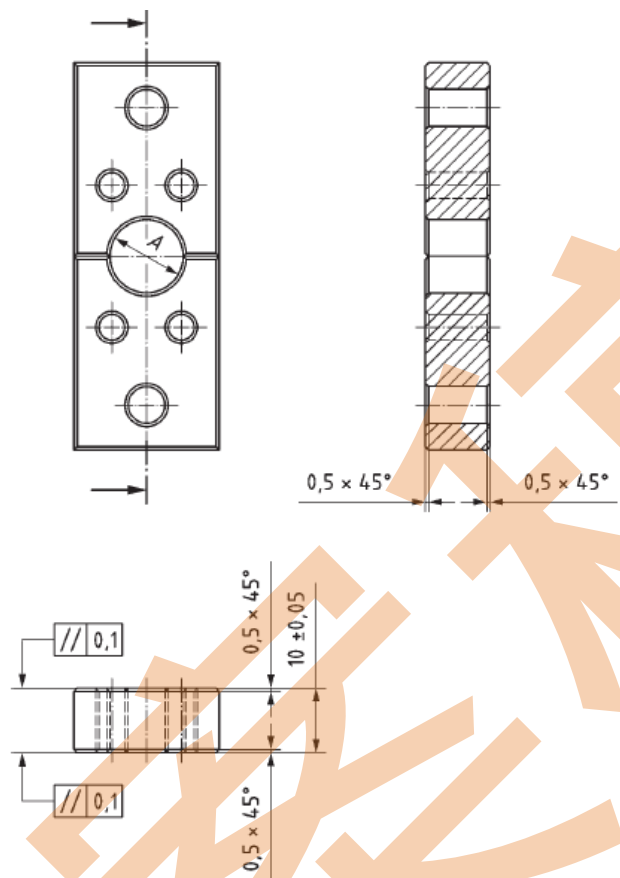
D.1.3.2 注射器夹具，由适宜的材料[例如聚醚醚酮（PEEK）]且以适宜尺寸制成。

注：材料和设计取决于预期用途。这由制造商和客户商定。表 D.1 和图 D.1 包括了注射器尺寸示例。

表 D.1 – 注射器尺寸和装载针尺寸示例

尺寸 (mm)			
注射器套筒外径	直径 A (见图 D.1)	直径 b (见图 D.2)	半径 c (见图 D.2)
6.85	7.3	4	2
8.15	8.6	5	2.5
10.85	11.4	7	6
14.45	15.0	10	8
17.05	17.5	12	9
22.05	22.5	16	11

尺寸 (mm)



注：直径 A 见表 D.1。

图 D.1 注射器夹具示例

D.1.3.3 加载杆，由适宜的材料且以适宜的尺寸制成。

注 1：材料和设计（例如，根据内部注射器肩部设计调整曲率半径）取决于预期用途。这由制造商和客户商定。表 C.1 和图 C.2 包括**加载杆**尺寸的示例。

注 2：邵氏硬度 D 为符合 ISO 7619-180 至 90 的聚缩醛是**加载杆**接触区域的适当材料。杆可由不锈钢制成。

D.1.4 试样制备和保存

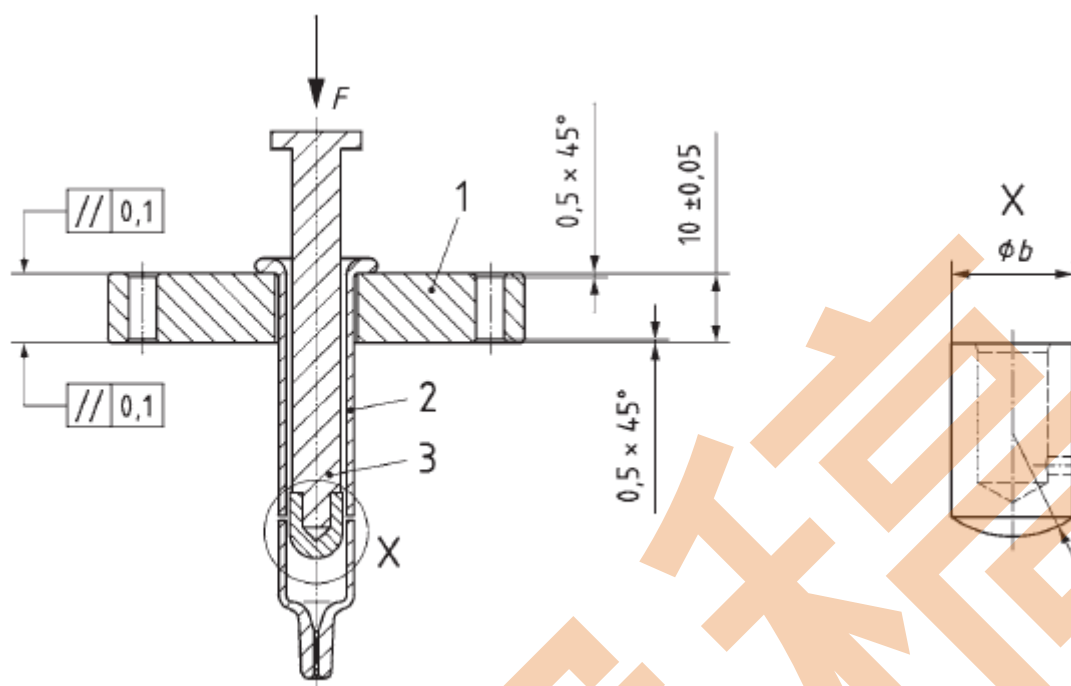
应注意**试验前**试样不受到冲击。

试验前检查注射器尺寸和**加载杆**是否有损坏，并定期更换。

D.1.5 程序

D.1.5.1 将供试注射器**套筒**放入注射器尺寸中，并将**加载杆**定位在接近注射器**套筒**深度的位置，如图 C.2 所示。

尺寸 (mm)



图中：

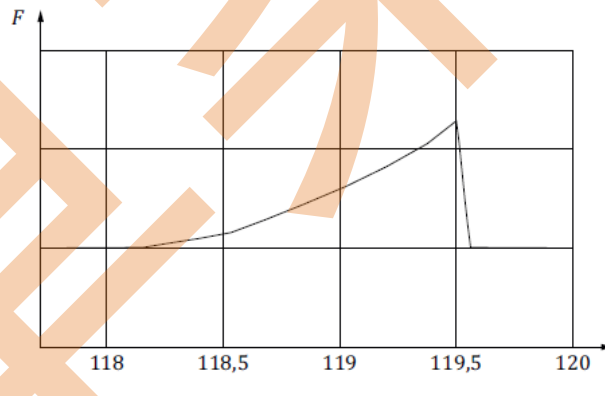
- 1- 注射器尺寸
- 2- 注射器套筒
- 3- 加载杆

注：直径 b 和半径 c 见表 D.1。

图 D.2 - 注射器套筒和加载杆位置

D.1.5.2 使用 100 mm/min 或适宜的试验速度和至少 100 Hz 的采样频率开始试验。

D.1.5.3 记录力-位移。示例见图 D.3。



图中：

- F 力（牛顿）
- l 距离（毫米）

图 D.3 力-位移曲线示例

D.1.6 结果表述

根据位移曲线确定峰值，对应于法兰耐破损性（法兰强度）。

D.2 鲁尔锥头耐破损性

D.2.1 原理

许多鲁尔注射器配有一个鲁尔锁定连接件。尤其是用于稀释液的注射器或用于注射用水的注射器，鲁尔连接件通常用来连接于一个小瓶适配器，以提供冻干小瓶的安全复溶。

该组合件（注射器套筒、小瓶适配器和小瓶）的轴向尺寸较大，因此，在复溶和操作期间，通过使

用者的机械力进行装载。该组合件的最薄弱的点是注射器的前端，它会受到侧向负荷。

鲁尔锥头耐破损性试验用于测定锥头的强度，该强度由几何形状和玻璃特性（如残余应力）决定。

D. 2. 2 材料

供试鲁尔注射器套筒。

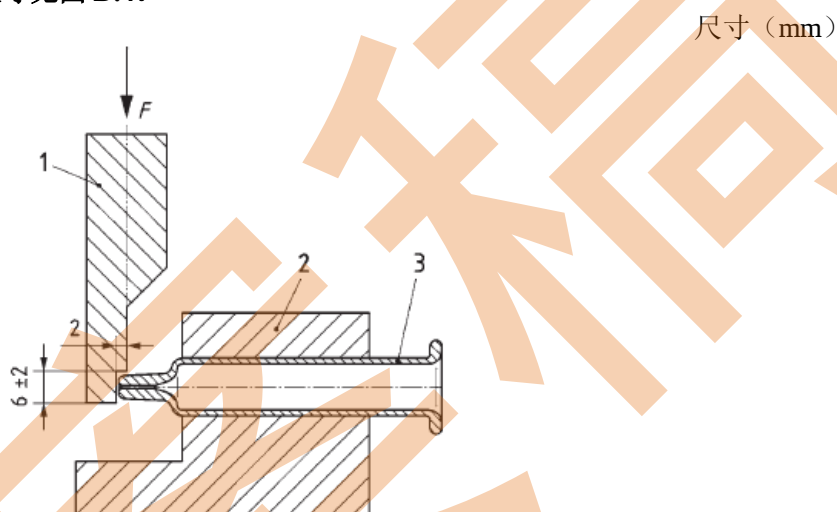
D. 2. 3 仪器

D.2.3.1 符合下列要求的通用材料试验机：

- 适宜于测量力的负荷传感器；
- 25 mm/min 的试验速度或适宜的速度；
- 采样频率至少为 100 Hz。

注：负荷传感器、试验速度和采样频率的定义由制造商和客户商定。

D.2.3.2 材料夹具和不锈钢杆，尺寸见图 D.4。



图中：

- 1- 带加载杆的材料试验机
- 2- 注射器夹具
- 3- 注射器套筒

图 D. 4 材料试验机及夹具（已插入注射器的套筒）示例

D.2.3.3 适合于注射器格式化几何形状的一套适配器组件。

D.2.4 程序

D.2.4.1 如下所示设置试验仪器：

- 检查适配器是否损坏和不正确；
- 将适配器组装到拉伸和压缩试验机上；
- 检查安全元件，将发生玻璃破损；
- 如果需要，将正确的软件安装到拉伸和压缩试验机并打开软件。

D.2.4.2 按以下进行试验：

- 将注射器套筒放入拉伸和压缩试验机中（见图 C.4）；
- 关闭安全元件；
- 用 25 mm/min 或适宜的试验速度和至少 100 Hz 的采样频率开始测量；
- 注射器套筒施加负荷直至锥头断裂；在距注射器套筒锥头约 2 mm 的距离施加力；
- 从适配器上取下注射器套筒；
- 清除适配器中的玻璃残留；
- 确认其锥头是否断裂。

D. 2. 5 结果表述

记录鲁尔锥头断裂时的最大力。

附录 E
(规范性附录)
预灌封注射器硅油量的试验方法

E.1 原理

E.2 仪器和试剂

E.2.1 电子天平, 精度为 0.1mg。

E.2.2 烘箱。

E.2.3 水浴锅。

E.2.4 乙酸乙酯, 分析纯。

E.3 步骤

取样品 32 支 (对于标示装量大于 3mL 的产品, 可适当减少取样量), 分别加入硅溶剂 (如乙酸乙酯, 分析纯) 至套筒卷边处, 静置 5 分钟使硅油溶解后, 倾取硅溶剂至已恒重的蒸发皿 (m_1) 中, 再向每支套筒中加入硅溶剂 1mL, 润洗套筒内表面, 合并溶剂至前述蒸发皿中, 作为供试液。然后置水浴上蒸干, 移至烘箱中, 在 105℃ 下干燥至恒重 (m_2)。

取相同体积的同批硅溶剂, 至已恒重的蒸发皿 (m_1) 中, 作为空白液。然后置水浴上蒸干, 移至烘箱中, 在 105℃ 下干燥至恒重 (m_2)。

按下式计算每支预灌封注射器套筒的平均硅油量。

$$M = \frac{[(m_{12} - m_{11}) - (m_{02} - m_{01})]}{n} \times 1000$$

式中 M 为每支预灌封注射器套筒的平均硅油量, mg/支;

m_1 为未加入供试液的蒸发皿质量, g;

m_2 为加入供试液的蒸发皿质量, g;

m_1 为未加入空白液的蒸发皿质量, g;

m_2 为加入空白液的蒸发皿质量, g;

n 为供试品数量, 支。

附录 F
(规范性附录)
预灌封注射器钨残留的试验方法

F.1 原理

F.2 仪器和试剂

F.2.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-OES)，电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)。

F.2.2 超声波恒温清洗机。

F.3 步骤

F.3.1 水溶性钨供试品溶液的制备

F.3.1.1 灌装

取 1 支预灌封注射器，并装配好配套的活塞和推杆，作为参比。精确量取一定体积（标示装量）的水至适宜容器中，通过针头或鲁尔通道将全部体积的水抽吸到注射器中，注意不要吸入空气。将注射器尖端朝上，小心地推动推杆，去除意外吸入的空气。然后加上配套的注入纯水的护帽，将注射器密闭，用永久性记号笔标记此时的灌装水平（基准线位置）。然后用合适的方法，如直尺等，将此灌装水平转移到待测注射器中，见图 F.1。

另取预灌封注射器 60 支，并装配好配套的活塞和推杆，分别吸取水，使液面紧贴标记下方，注意不要吸入空气。在护帽中注入水，用其将注射器密闭。用纸巾擦去多余的液体。

F.3.1.2 浸提

将灌装好的预灌封注射器竖直（尖端朝下）放在架子上，再置于预先加热至 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的超声波水浴中，在频率为 45kHz、功率至少为 16W/L 条件下，浸提 1 小时。然后取出架子，用纸巾轻轻擦拭每个注射器表面的液体。取出注射器，将其护帽朝上。敲击护帽，使气泡流向锥体通道，将活塞上的推杆旋紧，向后拉动推杆，将锥头/针头中的浸提液移出，然后取下护帽。将浸提液转移至样品管中。再在每个预灌封注射器中吸入水至标记处进行冲洗，合并冲洗液至同一样品管中，重复操作两次，完成第一次浸提。从“分别吸取水，使液面紧贴标记下方”起，重复操作，进行第二次浸提，合并浸提液至同一样品管中，即得供试品溶液。

F.3.2 不同形态钨供试品溶液的制备

以“0.01 mol/L 氢氧化钠溶液”作为浸提介质和冲洗液，照 F.3.1 操作进行两次浸提，制备供试品溶液。

F.3.3 钨标准贮备液的制备

精密量取钨单元素标准溶液适量，用相应浸提介质（水或 0.01mol/L 氢氧化钠溶液）稀释，制成每 1mL 含钨 10 μg 的溶液，即得。

F.3.4 钨的测定

F.3.4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱法

F.3.4.1.1 仪器应符合使用要求，工作参数可根据具体情况进行优化。检测波长为 207.912 nm 或 220.449 nm。

F.3.4.1.2 分别精密量取钨标准贮备液适量，用相应浸提介质（水或 0.01mol/L 氢氧化钠溶液）稀释，制成每 1mL 分别含钨 0 ng、20 ng、50 ng、100 ng、200 ng、500 ng 的溶液，本液应临用配制。

F.3.4.1.3 在选定的分析条件下，依次将仪器的样品管插入各个浓度的标准品溶液中进行测定（浓度依次递增），以测量值（3 次读数的平均值）为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线，计算回归方程，相关系数应不低于 0.99。将仪器的样品管插入供试品溶液中，测定，取 3 次读数的平均值。从标准曲线上计算得相应的浓度。

F.3.4.1.4 在同样的分析条件下，进行空白试验，根据仪器说明书要求扣除空白。如有必要，可将供试

品溶液用相应的浸提介质进行适当稀释后测定。

F.3.4.2 电感耦合等离子体质谱法

F.3.4.2.1 仪器应符合使用要求，工作参数可根据具体情况进行优化。钨的质量数为 182、183 或 184。内标（如 Tl、Re、Ir）可以在每个供试品溶液和标准品溶液中分别直接加入，也可以通过内标进样管在线加入。对于直接加入，建议内标浓度为 50ng/mL。对于在线加入，内标贮备液浓度应尽可能高，以便在雾化器系统中提供 50ng/mL 的浓度。

F.3.4.2.2 分别精密量取钨标准贮备液适量，用相应浸提介质（水或 0.01mol/L 氢氧化钠溶液）稀释，制成每 1mL 分别含钨 0ng、10ng、20ng、50ng、100ng、200ng、500ng 的溶液，本液应临用配制。

F.3.4.1.3 如使用内标管进样，仪器的内标进样管在仪器分析工作过程中始终插入内标溶液中，依次将仪器的样品管插入各个浓度的标准品溶液中进行测定（浓度依次递增），以测量值（3 次读数的平均值）为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线，计算回归方程，相关系数应不低于 0.99。将仪器的样品管插入供试品溶液中，测定，取 3 次读数的平均值。从标准曲线上计算得相应的浓度。

F.3.4.1.4 在同样的分析条件下，进行空白试验，根据仪器说明书要求扣除空白。如有必要，可将供试品溶液用相应的浸提介质进行适当稀释后测定。

F.4 结果表示

根据测得的钨浓度（ng/mL）计算每支预灌封注射器钨溶出的绝对量，结果以每支预灌封注射器中的钨溶出量（ng/支注射器）表示。

注：实验过程中推荐使用硬质塑料容器，如聚四氟乙烯容器，如使用玻璃容器应注意使用的容器不应影响检测结果。

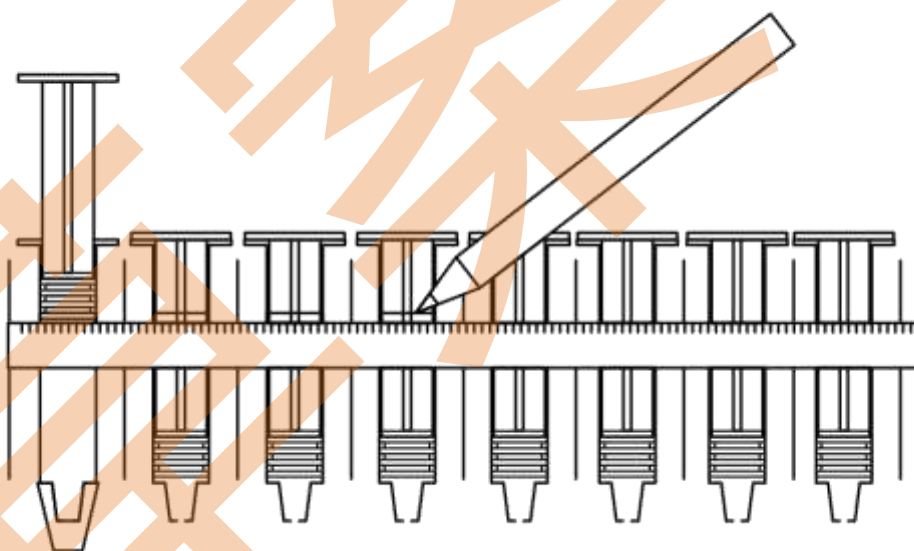


图 F.1 灌装水平转移示意图