



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1416.1—2016

一次性使用人体静脉血样采集容器中添加 剂量的测定方法

第 1 部分：乙二胺四乙酸(EDTA)盐

Test method for additive in single-use containers for
human venous blood specimen
collection—Part 1: Ethylene diamine tetraacetic acid (EDTA) salt

2016-03-23 发布

2017-01-01 实施

国家食品药品监督管理总局 发布

前 言

YY/T 1416《一次性使用人体静脉血样采集容器中添加剂量的测定方法》，由以下部分组成：

——第1部分：乙二胺四乙酸(EDTA)盐；

——第2部分：柠檬酸钠；

.....

本部分为 YY/T 1416 第1部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本部分由国家食品药品监督管理总局提出。

本部分由全国医用输液器具标准化技术委员会(SAC/TC 106)归口。

本部分起草单位：山东省医疗器械产品质量检验中心、碧迪医疗器械(上海)有限公司、山东新华安得医疗用品有限公司、圣光医用制品有限公司。

本部分主要起草人：秦洋、周秀华、孟庆松、乔小红、刘叶。

引 言

一次性使用人体静脉血样采集容器与一次性使用无菌静脉血样采集针配套使用,采集静脉血样进行临床检验。含有不同添加剂或附加物的人体静脉血样采集容器用途有所不同,乙二胺四乙酸(EDTA)盐作为一次性使用人体静脉血样采集容器的抗凝剂之一,在临床上得到广泛应用。由于EDTA对血细胞形态影响很小,因此适用于血细胞计数,特别是血小板计数。EDTA有二钠、二钾和三钾盐。均可与钙离子结合成螯合物,从而阻止血液凝固。EDTA盐可经高温烘干,抗凝作用不变。EDTA盐对红、白细胞形态影响很小。EDTA盐对血细胞计数影响均较小,其他抗凝剂不适合于血细胞计数。

本部分推荐了渗透压法和滴定法测定单支人体静脉血样采集容器中EDTA添加剂的量,便于一次性使用人体静脉血样采集容器的质量控制。也可采用其他测定方法,但需进行方法学确认。

一次性使用人体静脉血样采集容器中添加
剂量的测定方法
第 1 部分：乙二胺四乙酸(EDTA)盐

1 范围

YY/T 1416 的本部分给出了一次性使用人体静脉血样采集容器(以下简称“采血管”)中乙二胺四乙酸(EDTA)盐添加剂量的测定方法。

本部分适用于仅含乙二胺四乙酸(EDTA)盐添加剂的一次性使用人体静脉血样采集容器。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
中华人民共和国药典 二部 2010 年版

3 渗透压法

3.1 试验原理

用乙二胺四乙酸(EDTA)盐标准贮备液配制成系列标准溶液。用冰点渗透压仪测量各标准浓度溶液的渗透压值,绘制出浓度对渗透压的标准曲线(线性)。同法测量加水至公称容量的采血管中 EDTA 盐溶液的渗透压,从标准曲线上查得或用线性回归方程计算出对应于样品渗透压的乙二胺四乙酸(EDTA)盐浓度。

3.2 仪器和试剂

3.2.1 仪器

渗透压法的仪器包括:

- a) 冰点渗透压仪;
- b) 电子天平,精度为 0.1 mg。

3.2.2 试剂

除非另有规定,所用的试剂应为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水的要求。其中:

- a) 乙二胺四乙酸二钠二水合物($\text{EDTA-Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$):分析纯,纯度 $\geq 99.0\%$;
- b) 乙二胺四乙酸二钾二水合物($\text{EDTA-K}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$):分析纯,纯度 $\geq 99.0\%$;
- c) 无水乙二胺四乙酸三钾(EDTA-K_3):分析纯,纯度 $\geq 99.0\%$ 。

3.3 试验步骤

3.3.1 标准曲线的绘制

精密称取与供试的一次性使用采血管中添加剂相对应的乙二胺四乙酸(EDTA)盐[3.2.2 中 a)或

YY/T 1416.1—2016

b)或 c)]适量,加水溶解并稀释至 EDTA 盐质量浓度约为 10 mg/mL,作为标准贮备液。分别精密量取贮备液适量,加水稀释成含 EDTA 盐质量浓度为 0.5 mg/mL~4.0 mg/mL 的系列标准溶液。按照 2010 年版《中华人民共和国药典》二部Ⅸ G 渗透压摩尔浓度测定法,测定每个浓度溶液的渗透压值,以浓度 C(mg/mL)为纵坐标,渗透压值 X(mOsm/kg)为横坐标绘制标准曲线,并求出回归方程。

3.3.2 样品溶液的测定

取 EDTA 采血管 3 只,精密加入公称容量的水,充分振摇至抗凝剂溶解。按照《中华人民共和国药典》二部Ⅸ G 渗透压摩尔浓度测定法,分别测定 3 只采血管中溶液的渗透压。在标准曲线上查出或用回归方程求得各采血管中的乙二胺四乙酸(EDTA)盐溶液的浓度值。

4 滴定法

4.1 试验原理

用已知浓度的钙滴定液滴定单支采血管中 EDTA 的含量,以羟基萘酚蓝为指示剂。钙离子与 EDTA 进行络合反应,反应完全后,过量的钙离子使指示剂由蓝色变为浅粉色。

4.2 仪器和试剂

4.2.1 仪器

滴定法的仪器包括:

- a) 磁力搅拌器;
- b) 电子天平,精度为 0.1 mg;
- c) 25 mL 酸式滴定管。

4.2.2 试剂

- 除非另有规定,所用的试剂应为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水的要求。其中:
- a) 氢氧化钾溶液[$c(\text{KOH})=1\text{ mol/L}$]:取 45%的氢氧化钾溶液 125 mL,加水稀释至 1 000 mL;
 - b) 羟基萘酚蓝($\text{C}_{20}\text{H}_{11}\text{N}_2\text{Na}_3\text{O}_{11}\text{S}_3$):绿黑色粉末,CAS# 63451-35-4;或也可使用 1%羟基萘酚蓝二钠盐($\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_{11}\text{S}_3$),CAS # 165660-27-5;
 - c) 钙滴定液[$c(\text{Ca}^{2+})=0.01\text{ mol/L}$]:使用市售有证产品(必要时稀释)或采用附录 A 方法制备;
 - d) 钙滴定液[$c(\text{Ca}^{2+})=0.002\text{ mol/L}$]:精密量取 0.01 mol/L 的钙滴定液适量,加水稀释 5 倍即得。

4.3 试验步骤

随机抽取采血管 1 支,加入公称容量的水,充分振摇使溶解,用少量水冲洗管壁和管塞各 3 次,收集冲洗液全部转移至 250 mL 锥形瓶中,加入 1 mol/L 氢氧化钾溶液 5 mL、羟基萘酚蓝指示剂粉末约 0.3 mg~1 mg,(也可配制质量浓度为 0.3 mg/mL~1 mg/mL 的羟基萘酚蓝指示剂,精密量取 1 mL),或 1%羟基萘酚蓝二钠盐 30 mg~100 mg。用水冲洗锥形瓶瓶壁,加入搅拌转子后放于磁力搅拌器上。25 mL 滴定管中加入 0.002 mol/L 的钙滴定液,开启搅拌使形成涡流而不产生飞溅,滴定至溶液颜色由蓝色变为浅粉色,即为终点,记录所用滴定液体积,记为 V。按下式计算采血管中添加剂含量。另取 2 支采血管,重复以上操作。

$$m = \frac{c_s}{c} V f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m ——采血管中 EDTA 盐添加剂的含量,单位为毫克(mg)；
- c_s ——钙滴定液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；
- c ——钙滴定液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；
- V ——滴定样品所用钙滴定液的体积,单位为毫升(mL)；
- f ——滴定因子,1 mL 钙滴定液对应的 EDTA 盐的量,EDTA- $\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的 f 值为 0.744,EDTA- $\text{K}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的 f 值为 0.809,EDTA- K_3 的 f 值为 0.813。

5 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

- a) 试验样品的识别；
- b) 本部分的标准编号；
- c) 试验结果；
- d) 试验日期；
- e) 试验人员。

附 录 A
(资料性附录)
钙滴定液的制备

A.1 钙滴定液[$c(\text{Ca}^{2+})=0.01\text{ mol/L}$]的配制

将碳酸钙在 100 ℃下干燥 3 h 至恒重,精密称取 1 g,置于 500 mL 锥形瓶中,加水 200 mL,将锥形瓶放在加热搅拌器上搅拌、加热,慢慢添加 12 mol/L 浓盐酸,直至所有粉末都溶解,且溶液变成澄清溶液。继续加热并搅拌直至溶液沸腾。使用隔热手套将锥形瓶从加热搅拌器上移开,用折叠纸巾盖住锥形瓶嘴直至锥形瓶冷却到可以触摸的温度。向锥形瓶中滴加 6 滴甲基红指示剂,将锥形瓶放在搅拌器上,边搅拌边逐滴添加 25% 浓缩氢氧化铵,直至溶液变为黄色。然后逐滴滴加 0.1 mol/L 盐酸溶液直至溶液变为橙色。将溶液定量转移到 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度并混匀,即得。

A.2 钙滴定液[$c(\text{Ca}^{2+})=0.01\text{ mol/L}$]的标定

精密移取 20 mL 乙二胺四乙酸二钠标准溶液[$c(\text{EDTANa}_2)=0.01\text{ mol/L}$]至 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 氢氧化钾溶液[$c(\text{KOH})=1\text{ mol/L}$]、羟基萘酚蓝指示剂粉末 0.3 mg~1 mg,(也可配制质量浓度为 0.3 mg/mL~1 mg/mL 的羟基萘酚蓝指示剂,精密量取 1 mL),或 1% 羟基萘酚蓝二钠盐 30 mg~100 mg,用水冲洗锥形瓶瓶壁,加入搅拌转子后放于磁力搅拌器上。25 mL 滴定管中加入 0.01 mol/L 的钙滴定液,开启搅拌使形成涡流而不产生飞溅,滴定至溶液颜色由蓝色变为浅粉色,即为终点。
