国家药品监督管理局 发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

眼科光学 接触镜护理产品 第11部分：保湿润滑剂测定方法

Ophthalmic optics- Contact lens care products – Prat 11: Test method for lubricant

（工作组讨论稿）

（本稿完成日期：2021.07）

“在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上”

YY/T 0719.11—××××

YY

中华人民共和国医药行业标准

ICS 11.040.70

C 40

**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。

本文件是《眼科光学 接触镜护理产品》的第11部分。

《眼科光学 接触镜护理产品》已经发布了以下部分：

——第1部分：术语；

——第2部分：基本要求；

——第3部分：微生物要求和试验方法及接触镜护理系统；

——第4部分：抗微生物防腐有效性试验及测定抛弃日期指南；

——第5部分：接触镜与接触镜护理产品物理相容性的测定；

——第6部分：有效期测定指南；

——第7部分：生物学评价试验方法；

——第8部分：清洁剂的测定方法；

本文件本文件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。

本文件由国家药品监督管理局提出。

本文件由全国医用光学和仪器标准化分技术委员会（SAC/TC 103/SC 1）归口。

本文件起草单位：浙江省医疗器械检验研究院。

本文件主要起草人：

引言

《眼科光学 接触镜护理产品》为接触镜护理产品的系列标准，用以评价接触镜护理产品的安全、有效性，共分为11个部分，其中已经发布了以下部分：

——第1部分：术语；

——第2部分：基本要求；

——第3部分：微生物要求和试验方法及接触镜护理系统；

——第4部分：抗微生物防腐有效性试验及测定抛弃日期指南；

——第5部分：接触镜与接触镜护理产品物理相容性的测定；

——第6部分：有效期测定指南；

——第7部分：生物学评价试验方法；

——第8部分：清洁剂的测定方法；

除了已发布的标准和本文件之外，已列入计划的标准如下：

——第9部分：螯合剂的测定方法；  
——第10部分：消毒剂的测定方法；

本文件是《眼科光学 接触镜护理产品》的第11部分，为试验方法标准，给出了接触镜护理产品中保湿润滑剂的测定方法。本文件选定的保湿润滑剂选成分为市售接触镜护理产品中常见的羟丙基甲基纤维素和聚乙烯吡咯烷酮。

眼科光学 接触镜护理产品 第11部分：保湿润滑剂测定方法

1 范围

本文件规定了接触镜护理产品中有效成分保湿润滑剂为羟丙基甲基纤维素和聚乙烯吡咯烷酮含量测定的试验方法。

本文件适用于含保湿润滑剂有效成分为羟丙基甲基纤维素和/或聚乙烯吡咯烷酮的接触镜护理产品。

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）适用本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 通则

4.1 本文件规定的室温，如无特殊规定，应为10℃~30℃。

4.2 本文件所用的试剂，如无特殊规定，应为分析纯。

4.3 本文件所用试验用水应符合GB/T 6682规定的要求。

5 试验方法

5.1 羟丙基甲基纤维素（HPMC）

5.1.1液相色谱法：

5.1.1.1 试验原理

接触镜护理产品中HPMC以凝胶排阻色谱柱分离，示差折光检测器进行测定，外标法定量。

**注：该方法适用于不含聚乙烯吡咯烷酮的护理产品中羟丙基甲基纤维素含量的测定。**

5.1.1.2 仪器与试剂

5.1.1.2.1仪器

试验用仪器应包含如下：

a）高效液相色谱仪：配置示差折光检测器；

b）分析天平。

5.1.1.2.2试剂

试验用试剂应包含如下

a）氯化钠，色谱纯；

b）HPMC对照品；

c）HPMC储备液（1mg/mL）：精密称取HPMC对照品0.1g，精确至0.1mg，加入80℃~90℃热水20mL，搅拌使溶解，冷却至室温，转移至100mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

d）空白基质溶液：按照接触镜护理产品配方配制不含HPMC的赋形液，作为空白基质溶液。

5.1.1.3 色谱条件（推荐）

色谱测定条件如下：

a）色谱柱：TSKgel G3000PWXL-CP，或等效色谱柱；

b）柱温：30℃；

c）流动相：0.05mol/LNaCl溶液；

d）流速：1.0mL/min.；

e）进样量：50μL；

f）示差折光检测器：温度35℃。

5.1.1.4检验液制备

用水将HPMC储备液配制成质量浓度为0.1mg/mL~1.0mg/mL的至少5个梯度的系列工作溶液。

根据接触镜护理产品HPMC标示含量，直接进样，或精密移取适量接触镜护理产品加流动相稀释至合适浓度，摇匀，待测。同法对空白基质溶液进行相同步骤处理，作为空白对照溶液。

若经验证可行，也可以直接采用水作为空白对照。

5.1.1.5测定及结果分析

分别对工作溶液、样品待测溶液、空白对照进行分析测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，建立线性工作曲线及回归方程，扣除空白，计算样品HPMC的含量。

5.1.2分光光度法：

5.1.2.1 试验原理

HPMC在加热的情况下，在醋酸和盐酸的介质中与二苯胺反应生成蓝色的络合物，通过分光光度法测定。

5.1.2.2仪器与试剂

5.1.2.2.1仪器

试验用仪器应包含如下：

a）紫外可见分光光度计；

b）分析天平。

5.1.2.2.2试剂

试验用试剂应包含如下：

a）HPMC对照品；

b）二苯胺；

c）冰醋酸；

d）盐酸；

e）苯甲酸；

f） HPMC储备液（1mg/mL）：精密称取HPMC对照品0.1g，精确至0.1mg，加入80℃~90℃热水20mL，搅拌使溶解，冷却至室温，转移至100mL容量瓶中，加水定容；

g）二苯胺显色液：称取二苯胺3.75g，加150mL冰醋酸，90mL盐酸溶解（配制过程中应避免接触水），摇匀；

h）饱和苯甲酸溶液：取苯甲酸适量，用水溶解，保证溶液中有苯甲酸残留，备用，用之前过滤，取滤液。

5.1.2.3工作溶液的制备

分别精密移取HPMC储备液（1mg/mL）0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL至10mL容量瓶中，用饱和苯甲酸溶液定容，稀释至不同浓度，分别为20、40、60、80、100μg/mL。再分别取上述溶液各3mL于25mL具塞试管中，分别精确加入5mL二苯胺显色液，摇匀并立即置沸水浴中加热1h后，依次取出，迅速冷却至室温，待测。同法以水作空白对照。

5.1.2.4样品溶液的制备

根据接触镜护理产品HPMC标示含量，精密移取接触镜护理产品适量至10mL容量瓶中，用饱和的苯甲酸溶液定容，配制成适当浓度的溶液。再取该溶液3mL置25mL具塞试管中，精确加入5mL的二苯胺显色液，摇匀并立即置沸水浴中加热1h后，取出，迅速冷却至室温，待测。

5.1.2.5测定及结果分析

以空白对照作参比，在波长为635nm处，分别对工作溶液和待测样品溶液测定吸光度值，以浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，建立线性工作曲线及回归方程，计算样品HPMC的含量。

5.2 聚乙烯吡咯烷酮（PVP）

5.2.1 试验原理

接触镜护理产品中PVP以反相色谱柱进行分离，210nm波长下测定，外标法定量。

5.2.2 仪器与试剂

5.2.2.1仪器

试验用仪器应包含如下：

a）高效液相色谱仪：配置紫外检测器；

b）分析天平。

5.2.2.2试剂

试验用试剂应包含如下：

a）乙腈，色谱纯；

b）PVP对照品；

c）PVP储备液（1mg/mL）：精密称取的PVP对照品0.1g，精确至0.1mg，加水搅拌使溶解，转移至100mL容量瓶中，加水定容；

d）空白基质溶液：按照接触镜护理产品配方配制不含PVP的赋形液，作为空白基质溶液。

5.2.3 色谱条件（推荐）

色谱测定条件如下：

a）色谱柱：C18，5μm，250×4.6mm，或等效色谱柱；

b）柱温：30℃；

c）流动相：95%水+5%乙腈；

d）流速：1.0mL/min.；

e）进样量：50μL；

f）检测器波长：210nm。

5.2.4检验液制备

用水将PVP储备液配制成质量浓度为0.05mg/mL~1.0mg/mL的至少5个梯度系列工作溶液。

根据接触镜护理产品PVP标示含量，直接进样，或精密移取适量接触镜护理产品加流动相稀释至适当浓度，摇匀，待测。同法对空白基质溶液进行相同步骤处理，作为空白对照。

若经验证可行，亦可以直接采用水作为空白对照。

5.2.5测定及结果分析

分别对工作溶液、样品待测溶液、空白对照进行分析测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，建立线性工作曲线及回归方程，扣除空白，计算样品PVP的含量。

6 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

a）试验样品信息；

b）本文件的标准编号；

c）试验结果；

d）试验日期；

e）试验人员。

附录A

（资料性附录）

典型液相色谱图



图A.1 HPMC对照品溶液色谱图示例



图A.2 PVP对照品溶液色谱图示例