

3605 注射用白油（轻质矿物油）质量标准

本品系自石油中制得的多种液状烃的混合物。

1 性状 无色透明、无臭、无味的油状液体，在日光下不显荧光。

1.1 相对密度 本品的相对密度（《中国兽药典》一部附录）为 ~~0.818~~0.805~0.880。

1.2 黏度 在 40℃时，本品的运动黏度（附录 3102，毛细管内径为 1.0 mm）应为 4~13 mm²/s。

2 酸度 取本品 5.0 ml，加中性乙醇 5.0 ml，煮沸，溶液遇湿润的石蕊试纸应显中性反应。

3 稠环芳烃 取供试品 25.0 ml，置 125 ml 分液漏斗中，加正己烷 25 ml，混匀（注意：正己烷预先用五分之一体积的二甲亚砷洗涤两次，使用无润滑油无水的塞子，或者使用配备高聚物塞子的分液漏斗）；加二甲亚砷 5.0 ml，强力振摇 1 分钟，静置分层；下层分至另一分液漏斗中，再加正己烷 2.0 ml，强力振摇使均匀，静止分层，取下层作为供试品溶液，按照紫外-可见分光光度法（《中国兽药典》一部附录），在 260 nm~~~350~~420 nm 波长范围内测定供试品溶液的吸光度。以 5.0 ml 二甲亚砷与 25 ml 正己烷置分液漏斗中强力振摇 1 分钟，静置分层后的下层作为空白溶液。~~其最大吸光度不得超过 0.10~~该范围内任何波长的吸光度均不大于萘标准溶液 275 nm 处吸光度的 1/3。

4 固形石蜡 取本品在 105℃干燥 2 小时，置干燥器中冷却后，装满于内径约 25 mm 的具塞试管中，密塞，在 0℃冰水中冷却 4 小时，溶液应清亮；如果发生混浊，与同体积的对照溶液[取盐酸滴定液（0.01 mol/L）0.15 ml，加稀硝酸 6.0 ml 与硝酸银试剂 1.0 ml，加水至 50 ml]比较，不得更浓。

5 易碳化物 取本品 5.0 ml，置长约 160 mm、内径 25 mm 的具塞试管中，加硫酸（含 H₂SO₄ 94.5%~95.5%）5.0 ml，置沸水浴中，30 秒后迅速取出，加塞，用手指按紧，上下强力振摇 3 次，振幅应在 12 cm 以上，但时间不得超过 3 秒，振摇后置回水浴中，每隔 30 秒再取出，如果上法振摇，自试管浸入水浴中起，经过 10 分钟后取出，静置分层，石蜡层不得显色；酸层如果显色，与对照溶液（取比色用重铬酸钾溶液 1.5 ml，比色用氯化钴溶液 1.3 ml，比色用硫酸铜溶液 0.5 ml 与水 1.7 ml，加本品 5.0 ml 制成）比较，颜色不得更深。

6 重金属 含重金属应不超过百万分之十（附注 1）。

7 铅 含铅应不超过百万分之一（附注 2）。

8 砷 含砷应不超过百万分之一（附注 3）。

附注：

1 重金属含量测定法 取本品 1.0 g，置瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，置冷；加硫酸 0.5~1.0 ml 使其湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 500~600℃炽灼使完全灰化，置冷，加硝酸 0.5 ml，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后，置冷，加盐酸 2.0 ml，置水浴上蒸干后加水 15 ml，滴加氨试液至对酚酞指示液显中性，再加醋酸盐缓冲液（pH 3.0）2.0 ml，微热溶解后，移到纳氏比色管甲中，加水稀释成 25 ml，另取配制供试品溶液的试剂，置瓷皿中蒸

干后，加醋酸盐缓冲液（pH 3.0）2.0 ml 与水 15 ml，微热溶解后，移置纳氏比色管乙中，加标准铅溶液 1.0 ml，再用水稀释成 25 ml，在甲乙两管中分别加硫代乙酰胺试液各 2.0 ml，摇匀，静置 2 分钟，同置白色背景上。自上而下透视，甲管中显出的颜色与乙管比较，不得更深。

标准铅溶液的制备 称取硝酸铅 0.1598 g，置 1000 ml 容量瓶中，加硝酸 5.0 ml 与水 50 ml 溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。

临用前精密量取贮备液 10 ml，置 100 ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得（每 1.0 ml 相当于 10 μg 的 Pb）。

2 铅含量测定法 取本品 5.0 g 置瓷坩埚中，加入适量硫酸湿润供试品，缓缓炽灼至完全炭化，加 2.0 ml 硝酸和 5 滴硫酸，缓缓加热至白色烟雾挥尽，在 550 $^{\circ}\text{C}$ 炽灼使完全炭化，置冷，加 1.0 ml 硝酸溶液（1 \rightarrow 2），加热使灰分溶解，并移置 50 ml 量瓶中（必要时滤过），并用少量水洗涤坩埚，洗液并入量瓶中，加水至刻度，摇匀。每 10 ml 供试液相当于供试品 1.0 g。

测定 精密量取供试液 50 ml 和标准铅溶液 5.0 ml，分别置 125 ml 分液漏斗中，各加 1% 硝酸 20 ml，各加 50% 柠檬酸氢二铵溶液 1.0 ml、20% 盐酸羟胺溶液 1.0 ml 和酚红指示液 2 滴，滴加氢氧化铵溶液（1 \rightarrow 2）使成红色，再各加 10% 氰化钾溶液 2.0 ml，摇匀，加双硫脲溶液，强烈振摇 1 分钟，静置使分层，氯仿层经脱脂棉滤过，目视或按紫外-可见分光光度法（《中国兽药典》一部附录），在 510 nm 的波长处以氯仿为空白测定吸光度，供试液的颜色或吸光度不得超过标准溶液的颜色或吸光度。

标准铅溶液的制备 取硝酸铅 0.1598 g，置 1000 ml 容量瓶中，加硝酸 5.0 ml 与水 50 ml 溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。

临用前精密量取贮备液 10 ml，置 100 ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得（每 1.0 ml 相当于 10 μg 的 Pb）。

20% 盐酸羟胺溶液制备 取盐酸羟胺 20 g，加水 40 ml 使溶解，加酚红指示液 2 滴，滴加氢氧化铵溶液（1 \rightarrow 2）使溶液由黄色变为红色后再加 2 滴（pH 8.5~9.0），用双硫脲氯仿溶液提取数次，每次 10~20 ml，直至氯仿层无绿色，再用氯仿洗涤 2 次，每次 5.0 ml，弃去氯仿层，水层加盐酸溶液（1 \rightarrow 2）使呈酸性，加水至 100 ml，即得。

50% 柠檬酸氢二铵制备 取柠檬酸氢二铵 100 g，加水 100 ml 使溶解，加酚红指示液 2 滴，滴加氢氧化铵溶液（1 \rightarrow 2）使溶液由黄色变为红色后再加 2 滴（pH 8.5~9.0），用双硫脲氯仿溶液提取数次，每次 10~20 ml，直至氯仿层无绿色，再用氯仿洗涤 2 次，每次 5.0 ml，弃去氯仿层，水层加盐酸溶液，加水至 200 ml，即得。

双硫脲溶液制备 取 0.05% 氯仿溶液作为贮备液（冰箱中保存），必要时按下述方法纯化。

取已研细的双硫脲 0.5 g，加氯仿 50 ml 使溶解（必要时滤过），置 250 ml 分液漏斗中，用氢氧化铵溶液（1 \rightarrow 100）提取 3 次，每次 100 ml，将提取液用棉花滤过，滤液并入 500 ml 分液漏斗中，加盐酸溶液（1 \rightarrow 2）使呈酸性，将沉淀出的双硫脲用 222 ml、200 ml、100 ml 氯仿提取 3 次，合并氯仿层即为双硫脲贮备液。

取双硫脲贮备液 1.0 ml，加氯仿 9.0 ml，混匀，按紫外-可见分光光度法（《中国兽药典》

一部附录), 在 510 nm 的波长处以氯仿为空白测定吸光度 (A), 用公式 (1) 算出配制 100 ml 双硫脲溶液 (70%透光率) 所需双硫脲贮备液的体积 (V)。

$$V = \frac{10(2 - \lg 70)}{A} = \frac{1.55}{A} \quad (\text{ml}) \quad (1)$$

用前取通过公式 (1) 计算出的双硫脲贮备液的毫升数, 置 100 ml 量瓶中, 加氯仿至刻度, 摇匀, 即得。

3 砷含量测定法 取本品 5.0 g, 置瓷坩埚中, 加 15% 硝酸镁溶液 10 ml, 其上覆盖氧化镁粉末 1.0 g, 混匀, 浸泡 4 小时, 置水浴上蒸干, 缓缓炽灼至完全炭化, 在 550℃ 炽灼使完全灰化, 冷却, 加适量水湿润灰分, 加酚酞指示液 1 滴, 缓缓加入盐酸溶液 (1→2) 至酚酞红色褪去, 定量转移到 50 ml 量瓶中 (必要时滤过), 并用少量水洗涤坩埚 3 次, 洗液并入量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。每 10 ml 供试品溶液相当于供试品 1.0 g。

仪器装置 如图 1。A 为 100~150 ml 19 号标准磨口锥形瓶。B 为导气管, 管口为 19 号标准口, 与锥形瓶 A 密合时不应漏气, 管尖直径 0.5~1.0 mm, 与吸收管 C 接合部为 14 号标准口, 插入后, 管尖距管 C 底为 1.0~2.0 mm。C 为吸收管, 管口为 14 号标准口, 5.0 ml 刻度, 高度不低于 8.0 cm。吸收管的质料应一致。

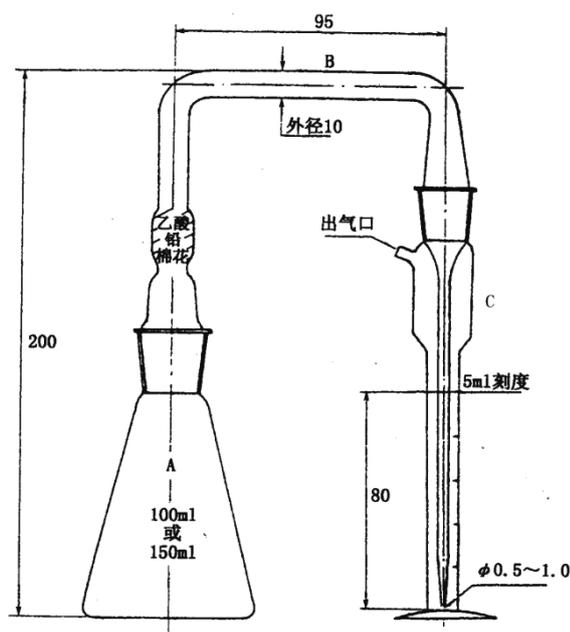


图 1 砷含量测定装置示意图

测定 精密吸取 50 ml 和标准砷溶液 5.0 ml, 分别置 A 瓶中, 加硫酸至 5.0 ml, 加水至 50 ml, 加 15% 碘化钾溶液 3.0 ml, 混匀, 静置 5 分钟。加 40% 氯化亚锡溶液 1.0 ml, 混匀, 静置 15 分钟, 加入无砷锌粒 5.0 g, 立即塞上装有醋酸铅棉花的导气管 B, 并使导气管 B 的尖端插入盛有 5.0 ml 吸收液的吸收管 C 中, 室温置 1 小时, 取下吸收管 C, 用三氯甲烷将

吸收液体积补充至 5.0 ml。目视或按紫外-可见分光光度法（《中国兽药典》一部附录），在 515 nm 的波长处测定吸光度，供试液的颜色或吸光度不得超过标准溶液的颜色或吸光度。

标准砷溶液的制备 称取 0.1320 g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷（ As_2O_3 ），置 1000 ml 量瓶中，加氢氧化钠溶液（1→5）5.0 ml 溶解后，加 1.0 mol/L 硫酸溶液 25 ml，用新煮沸的冷水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。

临用前精密量取 10 ml 置 1000 ml 量瓶中，加 10 mol/L 硫酸溶液 10 ml，用新煮沸的冷水稀释至刻度，摇匀，即得（每 10 ml 相当于 1.0 μg 的 As）。