# • 经验交流•

# 注射用水中硝酸盐检查试验的操作要点

李  $\overset{1}{=}$  , 张 坚 蒙  $^2$  , 栾 晓 文  $^1$  , 张 晓华  $^1$  ( 1. 成都军区昆明总医院, 云南 昆明 650032 ; 2. 云南省药检所, 云南 昆明 650011)

关键词 注射用水:硝酸盐:检查试验

中图分类号: R927.1

文献标识码: D

文章编号: 1006-0111(2004)03-0184-01

《中华人民共和国药典》(后简称《药典》)二部,对纯化水、注射用水以及灭菌注射用水要求对硝酸盐进行检查,按照《药典》所示方法操作,反应的重现性欠佳,经过对此反应原理的探讨,完善了药典中没有明确的操作细节,已能比较好地完成此项检查试验,先报告如下。

## 1 试药

标准硝酸盐溶液、10% 氯化钾溶液、0.1% 二苯胺硫酸溶液、浓硫酸、无硝酸盐的水 (蒸馏水加 NaOH 调 pH 值为 8, 使水中 NH<sub>3</sub> 变为 NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, 经反渗透膜过滤、即得。) [1]、冰。

#### 2 仪器

比色管、移液管(10mL、5mL、2mL)、洗耳球、温度计、烧杯(500mL)。

## 3 试验方法

按《药典》要求取样品 5mL 于比色管中,加入10% 氯化钾溶液 0.4mL 与 0.1% 二苯胺硫酸溶液 0.1mL,盖上瓶塞充分摇匀后置冰浴中。平行 2份。再取对照品无硝酸盐水 4.7mL 加入标准硝酸盐溶液 0.3mL 于比色管中,加入 10% 氯化钾溶液 0.4mL 与 0.1% 二苯胺硫酸溶液 0.1mL,盖上瓶塞充

分摇匀后置回冰浴中。平行2份。

以上 4 支分别用移液管取 5mL 浓硫酸, 将管尖插入液面下, 边搅边缓缓加入并将比色管置冰浴中降温(硫酸滴加速度(1.5mL/min), 手摸管壁微有发热。硫酸滴加完后摇匀, 放入 50 ℃水浴中放置15min。结果: 对照品管呈深蓝色, 样品颜色不得深于对照管。

## 4 讨论

4.1 试验要点 ①将《药典》中所用的试管改用比色管,是为了加塞后更好地将各种试液混匀,尤其是0.1% 二苯胺硫酸溶液 0.1mL,由于稠度大,取量小,易挂于试管壁不易混匀而影响最终显色,另外由于试验中加入大量具强腐蚀性的浓硫酸,加塞后也可避免振摇时液体不慎流出而造成伤害。②将试验样品和对照品置冰浴中,是因为浓硫酸遇水会产生大量的热量,从而使硝酸盐形成亚硝酸盐而很快分解,至使硝基不能与二苯胺形成有色染料醌亚胺盐的蓝色物质而影响显色结果。所以浓硫酸的滴加一定要缓慢,在冰浴中试验更能取到辅助降温的作用,从而保证试验结果。

4.2 试验原理 注射用水中加入二苯胺硫酸溶液后缓缓滴加硫酸,使水中的硝酸根离子氧化为亚硝酸根离子,亚硝酸根离子与无色的对一二苯替联苯胺反应,生成蓝色的醌亚胺盐。反应方程式如下: