

3605 注射用白油（轻质矿物油）质量标准（标准草案）

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 0.805~0.880。

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

2 酸度

取本品 5.0ml，加中性乙醇 5.0ml，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 25.0ml，置 125ml 分液漏斗中，加正己烷 25ml，混匀（注意：正己烷预先用五分之一体积的二甲亚砷洗涤 2 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 5.0ml，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 2.0ml，强力振摇使均匀，静止分层，取下层作为供试品溶液，按照紫外一可见分光光度法（《中国兽药典》一部附录），在 260~420nm 波长范围内测定供试品溶液的吸光度。以 5.0ml 二甲亚砷与 25ml 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。

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 25mm 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（0.01mol/L）0.15ml，加稀硝酸 6.0ml 与硝酸银试剂 1.0ml，加水至 50ml]比较，不得更浓。

5 易碳化物

取本品 5.0ml，置长约 160mm、内径 25mm 的具塞试管中，加硫酸（含 H₂SO₄ 94.5%~95.5%）5.0ml，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 12cm 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 1.5ml，比色用氯化钴溶液 1.3ml，比色用硫酸铜溶液 0.5ml 与水 1.7ml，加本品 5.0ml 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 1.0g，置瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，置冷；加硫酸 0.5~1.0ml 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 0.5ml，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后，置冷，加盐酸 2.0ml，置水浴上蒸干后加水 15ml，滴加氨试液至对酚酞指示液显中性，再加醋酸盐缓冲液（pH 值 3.5）2.0ml，微热溶解后，移到纳氏比色管甲

中，加水稀释成 25ml，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 值 3.5）2.0ml 与水 15ml，微热溶解后，移置纳氏比色管乙中，加标准铅溶液 1.0ml，再用水稀释成 25ml，在甲乙两管中分别加硫代乙酰胺试液各 2.0ml，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 0.1598g，置 1000ml 容量瓶中，加硝酸 5.0ml 与水 50ml 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 10ml，置 100ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得（每 1.0ml 相当于 10 μ g 的 Pb）。

2 铅含量测定法

取本品 5.0g 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 2.0ml 硝酸和 5 滴硫酸，缓缓加热至白色烟雾挥尽，在 550 $^{\circ}$ C 炽灼使完全炭化，置冷，加 1.0ml 硝酸溶液（1 \rightarrow 2），加热使灰分溶解，并移置 50ml 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 10ml 供试液相当于供试品 1.0g。

测定 精密量取供试液 50ml 和标准铅溶液 5.0ml，分别置 125ml 分液漏斗中，各加 1% 硝酸 20ml，各加 50% 柠檬酸氢二铵溶液 1.0ml、20% 盐酸羟胺溶液 1.0ml 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 2.0ml，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 510nm 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 0.1598g，置 1000ml 容量瓶中，加硝酸 5.0ml 与水 50ml 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 10ml，置 100ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得（每 1.0ml 相当于 10 μ g 的 Pb）。

20% 盐酸羟胺溶液制备 取盐酸羟胺 20g，加水 40ml 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 值 8.5~9.0），用双硫脲氯仿溶液提取数次，每次 10~20ml，直至氯仿层无绿色，再用氯仿洗涤 2 次，每次 5.0ml，弃去氯仿层，水层加盐酸溶液（1 \rightarrow 2）使呈酸性，加水至 100ml，即得。

50% 柠檬酸氢二铵制备 取柠檬酸氢二铵 100g，加水 100ml 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 值 8.5~9.0），用双硫脲氯仿溶液提取数次，每次 10~20ml，直至氯仿层无绿色，再用氯仿洗涤 2 次，每次 5.0ml，弃去氯仿层，水层加盐酸溶液，加水至 200ml，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 0.5g，加氯仿 50ml 使溶解（必要时滤过），置 250ml 分液漏斗中，用氢氧化铵溶液（1 \rightarrow 100）提取 3 次，每次 100ml，将提取液用棉花滤过，滤液并入 500ml 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 222ml、200ml、100ml 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 1.0ml，加氯仿 9.0ml，混匀，按紫外—可见分光光度法（《中国兽药典》一部附录），在 510nm 的波长处以氯仿为空白测定吸光度（ A ），用如下公式算出配制 100ml 双硫脲溶液（70% 透光率）所需双硫脲贮备液的体积（ V ）。

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

用前取通过上面公式计算出的双硫脲贮备液的毫升数，置 100ml 量瓶中，加氯仿至刻

度，摇匀，即得。

3 砷含量测定法

取本品 5.0g，置瓷坩埚中，加 15%硝酸镁溶液 10ml，其上覆盖氧化镁粉末 1.0g，混匀，浸泡 4 小时，置水浴上蒸干，缓缓炽灼至完全炭化，在 550°C 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 50ml 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 10ml 供试品溶液相当于供试品 1.0g。

仪器装置 如图 1。A 为 100~150ml 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 0.5~1.0mm，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，5.0ml 刻度，高度不低于 8.0cm。吸收管的质料应一致。

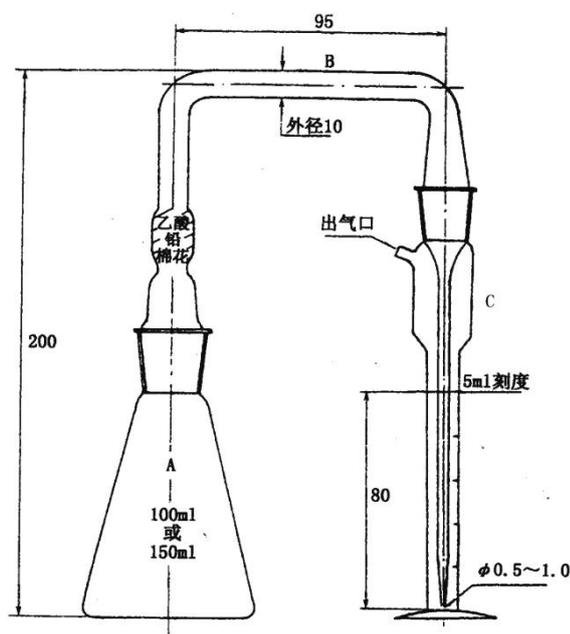


图 1 砷含量测定装置示意图

测定 精密吸取 50ml 和标准砷溶液 5.0ml，分别置 A 瓶中，加硫酸至 5.0ml，加水至 50ml，加 15%碘化钾溶液 3.0ml，混匀，静置 5 分钟。加 40%氯化亚锡溶液 1.0ml，混匀，静置 15 分钟，加入无砷锌粒 5.0g，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 5.0ml 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 5.0ml。目视或按紫外—可见分光光度法（《中国兽药典》一部附录），在 515nm 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 0.1320g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷（As₂O₃），置 1000ml 量瓶中，加氢氧化钠溶液（1→5）5.0ml 溶解后，加 1.0mol/L 硫酸溶液 25ml，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 10ml 置 1000ml 量瓶中，加 10mol/L 硫酸溶液 10ml，用新煮沸的冷水稀释至刻度，摇匀，即得（每 10ml 相当于 1.0μg 的 As）。

修订说明：

1. 本标准是在 2020 年版《中国兽药典》三部附录 3605 的基础上修订而成。

2. 关于稠环芳烃检测标准修订依据，经查阅国内外药典中关于稠环芳烃检测标准，我国兽药典中的检测标准与国外标准有差异，结合食品级白油国家标准中有关稠环芳烃检测相关规定，应对注射用白油中稠环芳烃含量要求更严格，应扩大测定范围。建议将稠环芳烃检测标准“260~350nm”修订为“在 260~420nm 波长范围内测定供试品溶液的吸光度”。

参考标准：

(1) GB1886.215—2016 食品安全国家标准 食品添加剂 白油（又名液体石蜡）；

(2) European Pharmacopoeia 8.0 Paraffin light liquid ;

标准	检测标准
食品级白油	稠环芳烃，紫外吸光度(260nm~420nm)/cm ≤0.1。
欧洲药典	UV absorbance limits between 260 and 420 nm. The absorbance at any wavenlength in the specified range is not greater than 1/3 of the absorbance at 275 nm of the Naphtalene Standard solution.

3. 对于附注“重金属测定法”中的醋酸盐缓冲液（pH 值 3.0），在 2024 年第 13 次会议上有委员提出应为 3.5。经查阅《中国药典》（2020 年版）和 2020 年版《中国兽药典》一部附录中相关标准，也是 3.5。故将此处的 pH 值改为 3.5。