

一种高灵敏度的铵试验法——靛酚法

刘德蔚(芜湖 241001 皖南医学院弋矶山医院)

铵试验是检查药品中微量质铵盐的限度试验。长期以来作为铵试验沿用的方法是碱性碘化汞钾比色法(纳氏法 1856)。近年由于科技进步,不仅感到该法灵敏度和专属性不能满足需要,而且人们逐渐重视试剂汞盐对环境的污染问题。目前开发的靛酚法在诸多方面都优于原纳氏法,值得推广。

本法原理:靛酚反应是在次氯酸钠存在下,铵盐与苯酚生成对苯醌·氯亚胺,再与苯酚反应生成靛酚[(N-对羟基苯基)-对苯醌单亚胺,Indophenol](蓝色 $\lambda_{\max}$ 640nm)。

1 实验部分

1.1 试剂:①酚亚硝基铁氰化钠试液:称取 5g 酚和 25mg 亚硝基铁氰化钠溶于无氨水中使成 500ml(低温避光处可贮存一个月)。②次氯酸钠·氢氧化钠试液:取相当于 0.5g 次氯酸钠的溶液(预先标定),加 7.5g 氢氧化钠,溶解后加无氨水使成 500ml(临用前配制)。③标准氨溶液:精密称取氯化铵 31.5mg(预先在硅胶干燥器中干燥 5 小时以上),加无水氨水溶解成 1000ml(含 NH_3 量为 $10\mu\text{g}/\text{ml}$)。

1.2 试样液与对照液配制:①试样液:称取各药品项下所规定的相当于铵限量的试样置蒸馏烧瓶中,加无氨水 140ml 和试剂氧化镁 2g,装配水蒸气蒸馏装置(也可用半微量定氮装置代替),接收器中放入 20ml 吸收液(1→200 硼酸液),注意将冷凝器下口插入液中,调节加热温度使馏液以 5~7ml/min 的速度流出,蒸至总量达 60ml,用少许无氨水冲洗冷凝管内部,合并馏液和洗液

并加水使成 100ml。②对照液:按各药品项下所规定的铵限量,精密量取标准氨液置蒸馏烧瓶中,以下与试样液项下同样操作进行。

1.3 测定方法:分别量取上述配制的试样液和对照液各 30ml 置比色管中,各加试剂液①6ml,摇匀后再各加入试剂液②4ml,最后各加无氨水至 50ml,摇匀后放置 60min,两管在白色背景下从上方观察,样品液呈色不得比对照液更浓。

2 结果与讨论

2.1 本法肉眼观察的灵敏度约 0.04ppm,而奈氏法为 0.1ppm。靛酚法呈色较稳定,在 0.02~0.2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 时,吸收度与浓度呈线性关系,可进行定量测定。

2.2 据考察本法反应最适温度为 20~30℃,反应时间为 30~60min,次氯酸钠最适浓度为 0.1%~0.2%。亚硝基铁氰化钠为反应促进剂。

2.3 实验环境及器具中的痕量氨都可能对实验结果产生敏锐影响,因此除小心操作和认真洗涤器具外,在试验前先进行空白蒸馏并弃去初馏液。另外如进行定量测定时,可进行空白对照以消除无氨水及试剂带入的误差。

2.4 虽然本反应也并非氨的特异反应,某些胺类和氨基酸可能起反应,但与氨相比灵敏度低得多。重要的是上述含氮杂质一般不会被氧化镁分解而产生挥发性物质污染试样液。某些微量无机离子可加速反应速度(Fe^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+}),加入氧化镁也可分离这些干扰离子。