

附录 IX B 铅、镉、砷、汞、铜测定法（一部）

一、原子吸收分光光度法

本法系采用原子吸收分光光度法（附录 V D）测定中药材中的铅、镉、砷、汞、铜，除另有规定外，按下列方法测定。

1. 铅的测定（石墨炉法）

测定条件 参考条件：波长 283.3nm，干燥温度 100~120℃，持续 20 秒；灰化温度 400~750℃，持续 20~25 秒；原子化温度 1700~2100℃，持续 4~5 秒；背景校正为氘灯或塞曼效应。

铅标准储备液的制备 精密量取铅单元素标准溶液适量，用 2%硝酸溶液稀释，制成每 1ml 含铅（Pb）1μg 的溶液，即得（0~5℃贮存）。

标准曲线的制备 分别精密量取铅标准储备液适量，用 2%硝酸溶液制成每 1ml 分别含铅 0ng、5ng、20ng、40ng、60ng、80ng 的溶液。分别精密量取 1ml，精密加含 1%磷酸二氢铵和 0.2%硝酸镁的溶液 1ml，混匀，精密吸取 20μl 注入石墨炉原子化器，测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

供试品溶液的制备 A 法 取供试品粗粉 0.5g，精密称定，置聚四氟乙烯消解罐内，加硝酸 3~5ml，混匀，浸泡过夜，盖好内盖，旋紧外套，置适宜的微波消解炉内，进行消解（按仪器规定的消解程序操作）。消解完全后，取消解内罐置电热板上缓缓加热至红棕色蒸气挥尽，并继续缓缓浓缩至 2~3ml，放冷，用水转入 25ml 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

B 法 取供试品粗粉 1g，精密称定，置凯氏烧瓶中，加硝酸 高氯酸（4：1）混合溶液 5~10ml，混匀，瓶口加一小漏斗，浸泡过夜。置电热板上加热消解，保持微沸，若变棕黑色，再加硝酸 高氯酸（4：1）混合溶液适量，持续加热至溶液澄清后升高温度，继续加热至冒浓烟，直至白烟散尽，消解液呈无色透明或略带黄色，放冷，转入 50ml 量瓶中，用 2%硝酸溶液洗涤容器，洗液合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

C 法 取供试品粗粉 0.5g，精密称定，置瓷坩埚中，于电热板上先低温炭化至无烟，移入高温炉中，于 500℃灰化 5~6 小时（若个别灰化不完全，加硝酸适量，于电热板上低温加热，反复多次直至灰化完全），取出冷却，加 10%硝酸溶液 5ml 使溶解，转入 25ml 量瓶中，用水洗涤容器，洗液合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

测定法 精密量取空白溶液与供试品溶液各 1ml，精密加含 1%磷酸二氢铵和 0.2%硝酸镁的溶液 0.5ml，混匀，精密吸取 10~20μl，照标准曲线的制备项下方法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中铅（Pb）的含量，计算，即得。

2. 镉的测定（石墨炉法）

测定条件 参考条件：波长 228.8nm，干燥温度 100~120℃，持续 20 秒；灰化温度 300~500℃，持续 20~25 秒；原子化温度 1500~1900℃，持续 4~5 秒；背景校正为氘灯或塞曼效应。

镉标准储备液的制备 精密量取镉单元素标准溶液适量，用 2%硝酸溶液稀释，制成每 1ml 含镉（Cd）1μg 的溶液，即得（0~5℃贮存）。

标准曲线的制备 分别精密量取镉标准储备液适量，用 2%硝酸溶液稀释制成每 1ml 分别含镉 0ng、0.8ng、2.0ng、4.0ng、6.0ng、8.0ng 的溶液。分别精密

吸取 10 μ l, 注入石墨炉原子化器, 测定吸光度, 以吸光度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

供试品溶液的制备 同铅测定项下供试品溶液的制备。

测定法 精密吸取空白溶液与供试品溶液各 10~20 μ l, 照标准曲线的制备项下方法测定吸光度(若供试品有干扰, 可分别精密量取标准溶液、空白溶液和供试品溶液各 1ml, 精密加含 1%磷酸二氢铵和 0.2%硝酸镁的溶液 0.5ml, 混匀, 依法测定), 从标准曲线上读出供试品溶液中镉(Cd)的含量, 计算, 即得。

3. 砷的测定(氢化物法)

测定条件 采用适宜的氢化物发生装置, 以含 1%硼氢化钠和 0.3%氢氧化钠溶液(临用前配制)作为还原剂, 盐酸溶液(1 $\rightarrow$ 100)为载液, 氮气为载气, 检测波长为 193.7nm, 背景校正为氘灯或塞曼效应。

砷标准储备液的制备 精密量取砷单元素标准溶液适量, 用 2%硝酸溶液稀释, 制成每 1ml 含砷(As) 1 μ g 的溶液, 即得(0~5 $^{\circ}$ C 贮存)。

标准曲线的制备 分别精密量取砷标准储备液适量, 用 2%硝酸溶液稀释制成每 1ml 分别含砷 0ng、5ng、10ng、20ng、30ng、40ng 的溶液。分别精密量取 10ml, 置 25ml 量瓶中, 加 25%碘化钾溶液(临用前配制) 1ml, 摇匀, 加 10%抗坏血酸溶液(临用前配制) 1ml, 摇匀, 用盐酸溶液(20 $\rightarrow$ 100)稀释至刻度, 摇匀, 密塞, 置 80 $^{\circ}$ C 水浴中加热 3 分钟, 取出, 放冷。取适量, 吸入氢化物发生装置, 测定吸收值, 以峰面积(或吸光度)为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

供试品溶液的制备 同铅测定项下供试品溶液的制备中的 A 法或 B 法制备。

测定法 精密吸取空白溶液与供试品溶液各 10ml, 照标准曲线的制备项下, 自“加 25%碘化钾溶液(临用前配制) 1ml”起, 依法测定。从标准曲线上读出供试品溶液中砷(As)的含量, 计算, 即得。

4. 汞的测定(冷蒸气吸收法)

测定条件 采用适宜的氢化物发生装置, 以含 0.5%硼氢化钠和 0.1%氢氧化钠的溶液(临用前配制)作为还原剂, 盐酸溶液(1 $\rightarrow$ 100)为载液, 氮气为载气, 检测波长为 253.6nm, 背景校正为氘灯或塞曼效应。

汞标准储备液的制备 精密量取汞单元素标准溶液适量, 用 2%硝酸溶液稀释, 制成每 1ml 含汞(Hg) 1 μ g 的溶液, 即得(0~5 $^{\circ}$ C 贮存)。

标准曲线的制备 分别精密量取汞标准储备液 0ml、0.1ml、0.3ml、0.5ml、0.7ml、0.9ml, 置 50ml 量瓶中, 加 20%硫酸溶液 10ml、5%高锰酸钾溶液 0.5ml, 摇匀, 滴加 5%盐酸羟胺溶液至紫红色恰消失, 用水稀释至刻度, 摇匀。取适量, 吸入氢化物发生装置, 测定吸收值, 以峰面积(或吸光度)为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

供试品溶液的制备 A 法 取供试品粗粉 0.5g, 精密称定, 置聚四氟乙烯消解罐内, 加硝酸 3~5ml, 混匀, 浸泡过夜, 盖好内盖, 旋紧外套, 置适宜的微波消解炉内进行消解(按仪器规定的消解程序操作)。消解完全后, 取消解内罐置电热板上, 于 120 $^{\circ}$ C 缓缓加热至红棕色蒸气挥尽, 并继续浓缩至 2~3ml, 放冷, 加 20%硫酸溶液 2ml、5%高锰酸钾溶液 0.5ml, 摇匀, 滴加 5%盐酸羟胺溶液至紫红色恰消失, 转入 10ml 量瓶中, 用水洗涤容器, 洗液合并于量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 必要时离心, 取上清液, 即得。同法同时制备试剂空白溶液。

B 法取供试品粗粉 1g, 精密称定, 置凯氏烧瓶中, 加硝酸-高氯酸(4:1)混合溶液 5~10ml, 混匀, 瓶口加一小漏斗, 浸泡过夜, 置电热板上, 于 120~

140℃加热消解 4~8 小时（必要时延长消解时间，至消解完全），放冷，加 20% 硫酸溶液 5ml、5%高锰酸钾溶液 0.5ml，摇匀，滴加 5%盐酸羟胺溶液至紫红色恰消失，转入 25ml 量瓶中，用水洗涤容器，洗液合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，必要时离心，取上清液，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

测定法 精密吸取空白溶液与供试品溶液适量，照标准曲线制备项下的方法测定。从标准曲线上读出供试品溶液中汞（Hg）的含量，计算，即得。

5. 铜的测定（火焰法）

测定条件 检测波长为 324.7nm，采用空气 乙炔火焰，必要时选择氘灯或塞曼效应进行背景校正。

铜标准储备液的制备 精密量取铜单元素标准溶液适量，用 2%硝酸溶液稀释，制成每 1ml 含铜（Cu）10μg 的溶液，即得（0~5℃贮存）。

标准曲线的制备 分别精密量取铜标准储备液适量，用 2%硝酸溶液制成每 1ml 分别含铜 0μg、0.05μg、0.2μg、0.4μg、0.6μg、0.8μg 的溶液。依次喷入火焰，测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

供试品溶液的制备 同铅测定项下供试品溶液的制备。

测定法 精密吸取空白溶液与供试品溶液适量，照标准曲线的制备项下的方法测定。从标准曲线上读出供试品溶液中铜（Cu）的含量，计算，即得。

二、电感耦合等离子体质谱法

本法系采用电感耦合等离子体质谱仪测定中药材中的铅、砷、镉、汞、铜。仪器由等离子体电离部分和四极杆质谱仪组成。等离子体电离部分由进样系统、雾化器、雾化室、石英炬管、进样锥等组成；质谱仪部分由四极杆分析器和检测器等部件组成。

标准品储备液的制备 分别精密量取铅、砷、镉、汞、铜单元素标准溶液适量，用 10%硝酸溶液稀释制成每 1ml 分别含铅、砷、镉、汞、铜为 1μg、0.5μg、1μg、1μg、10μg 的溶液，即得。

标准品溶液的制备 精密量取铅、砷、镉、铜标准品储备液适量，用 10%硝酸溶液稀释制成每 1ml 含铅、砷 0ng、1ng、5ng、10ng、20ng，含镉 0ng、0.5ng、2.5ng、5ng、10ng，含铜 0ng、50ng、100ng、200ng、500ng 的系列浓度混合溶液。另精密量取汞标准品储备液适量，用 10%硝酸溶液稀释制成每 1ml 分别含汞 0ng、0.2ng、0.5ng、1ng、2ng、5ng 的溶液，本液应临用配制。

内标溶液的制备 精密量取锆、铟、铋单元素标准溶液适量，用水稀释制成每 1ml 各含 1μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取供试品于 60℃干燥 2 小时，粉碎成粗粉，取约 0.5g，精密称定，置耐压耐高温微波消解罐中，加硝酸 5~10ml（如果反应剧烈，放置至反应停止）。密闭并按各微波消解仪的相应要求及一定的消解程序进行消解。消解完全后，冷却消解液低于 60℃，取出消解罐，放冷，将消解液转入 50ml 量瓶中，用少量水洗涤消解罐 3 次，洗液合并于量瓶中，加入金单元素标准溶液（1μg/ml）200μl，用水稀释至刻度，摇匀，即得（如有少量沉淀，必要时可离心分取上清液）。

除不加金单元素标准溶液外，余同法制备试剂空白溶液。

测定法 测定时选取的同位素为 ^{63}Cu 、 ^{75}As 、 ^{114}Cd 、 ^{202}Hg 和 ^{208}Pb ，其中 ^{63}Cu 、 ^{75}As 以 ^{72}Ge 作为内标， ^{114}Cd 以 ^{115}In 作为内标， ^{202}Hg 、 ^{208}Pb 以 ^{209}Bi 作为内标，并根据不同仪器的要求选用适宜校正方程对测定的元素进行校正。

仪器的内标进样管在仪器分析工作过程中始终插入内标溶液中，依次将仪器

的样品管插入各个浓度的标准品溶液中进行测定（浓度依次递增），以测量值（3次读数的平均值）为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。将仪器的样品管插入供试品溶液中，测定，取 3 次读数的平均值。从标准曲线上计算得相应的浓度，计算各元素的含量。

在同样的分析条件下进行空白试验，根据仪器说明书的要求扣除空白干扰。