

附录 VIII H 重金属检查法

本法所指的重金属系指在规定实验条件下能与硫代乙酰胺或硫化钠作用显色的金属杂质。

标准铅溶液的制备 称取硝酸铅 0.1599g，置 1000ml 量瓶中，加硝酸 5ml 与水 50ml 溶液后，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。

精密量取贮备液 10ml，置 100ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得，当日使用（每 1ml 相当于 10 μ g 的 Pb）。

配制与贮存用的玻璃容器均不得含铅。

第一法

除另有规定外，取 25ml 纳氏比色管三支，甲管中加标准铅溶液一定量与醋酸盐缓冲液（pH3.5）2ml 后，加水或各品种项下规定的溶剂稀释成 25ml，乙管中加入按各品种项下规定的方法制成的供试液 25ml，丙管中加入与甲管相同量的标准铅溶液后，再加入与乙管相同量的按各品种项下规定的方法制成的供试液，加水或各品种项下规定的溶剂使成 25ml；若供试液带颜色，可在甲管与丙管中滴加少量的稀焦糖溶液或其他无干扰的有色溶液，使之均与乙管一致；再在甲乙丙三管中分别加硫代乙酰胺试液各 2ml，摇匀，放置 2 分钟，同置白纸上，自上向下透视，当丙管中显出的颜色不浅于甲管时，乙管中显出的颜色与甲管比较，不得更深。如丙管中显出的颜色浅于甲管，应取样按第二法重新检查。

如在甲管与丙管中滴加稀焦糖溶液不能使颜色一致时，可取该品种项下规定的三倍的供试品和试液，加水或该品种项下规定的溶剂使成 45ml，将溶液平均分成甲乙丙三等份，乙管中加水或该品种项下规定的溶剂适量稀释，经 G4 垂熔玻璃漏斗滤过，用水或该品种项下规定的溶剂淋洗漏斗，合并溶液使成 25ml；甲管中加入硫代乙酰胺试液 2ml，摇匀，放置 2 分钟，经 G4 垂熔玻璃漏斗滤过，用水或该品种项下规定的溶剂淋洗漏斗，合并溶液，然后甲管中加入标准铅溶液一定量，加水或该品种项下规定的溶剂使成 25ml；丙管中加水或该品种项下规定的溶剂适量稀释，经 G4 垂熔玻璃漏斗滤过，用水或该品种项下规定的溶剂淋洗漏斗，合并溶液，然后加入与甲管相同量的标准铅溶液，加水或该品种项下规定的溶剂使成 25ml；再分别在乙丙两管中加硫代乙酰胺试液各 2ml，在甲管中加水 2ml，照上述方法比较，即得。

供试品如含高铁盐影响重金属检查时，可取该品种项下规定方法制成的供试液，加维生素 C 0.5~1.0g，并在对照液中加入相同量的维生素 C，再照上述方法检查。

配制供试品溶液时，如使用的盐酸超过 1.0ml（或与盐酸 1.0ml 相当的稀盐酸），氨试液超过 2ml，或加入其他试剂进行处理者，除另有规定外，对照液中应取同样同量的试剂置瓷皿中蒸干后，加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2ml 与水 15ml，微热溶解后，移至纳氏比色管中，加标准铅溶液一定量，再用水稀释成 25ml。

第二法

除另有规定外，取炽灼残渣项下遗留的残渣，当由第一法改为第二法检查时，取各品种项下规定量的供试品，按炽灼残渣检查法（附录VII N）进行炽灼处理，然后取遗留的残渣，如供试品为溶液，则取各品种项下规定量的溶液，蒸发至干，再按上述方法处理后取遗留的残渣，加硝酸 0.5ml，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后（取供试品一定量，缓缓炽灼至完全炭化，放冷，加硫酸 0.5~1.0ml，使恰湿润，用低温加热至硫酸除尽后，加硫酸 0.5ml，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后，放冷，在 500~600℃炽灼使完全灰化），放冷，加盐酸 2ml，置水浴上蒸干后加水 15ml，滴加氨试液至对酚酞指示液显微粉红色，再加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2ml，微热溶液后，移置纳氏比色管中，加水稀释成 25ml；另取配置供试品溶液的试剂，置瓷皿中蒸干后，加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2ml 与水 15ml，微热溶液后，移置纳氏比色管中，加标准铅溶液一定量，再用水稀释成 25ml；照上述第一法检查，即得。

第三法

除有另外规定外，取供试品适量，加氢氧化钠试液 5ml 与水 20ml 溶解后，置纳氏比色管中，加硫化钠试液 5 滴，摇匀，与一定量的标准铅溶液同样处理后的颜色比较，不得更深。