SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0989—2001

出口中成药中铜、铅、汞、砷含量检验方法　原子吸收分光光度法

Method for the determination of copper, lead, mercury and arsenic in traditional-prepared Chinese medicine for export—Atomic absorption spectrophotometer

2001-12-30 发布　　2002-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

中华人民共和国出入境检验检疫
行　业　标　准

出口中成药中铜、铅、汞、砷含量检验方法　原子吸收分光光度法

SN/T 0989—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045
电话：68523946　68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230　1/16　印张 3/4　字数 17 千字
2002年5月第一版　2002年5月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号：155066·2-14336　定价 8.00 元
网址 www.bzcbs.com

版权专有　侵权必究
举报电话：(010)68533533

前　　言

本标准是按照GB/T 1.1—1993《标准化工作导则　第1单元:标准的起草与表述规则　第1部分:标准编写的基本规定》及SN/T 0005—1996《出口商品中农药、兽药残留量及生物毒素生物学检验方法标准编写的基本规定》的要求进行编写的。

本标准测定方法系参照国内外有关文献,经反复研究、实验和验证后而制定的。本标准同时制定了抽样和制样方法。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国厦门出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:吴抒怀、蔡怡鹃。

本标准首次发布。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

出口中成药中铜、铅、汞、砷含量检验方法　原子吸收分光光度法

SN/T 0989—2001

Method for the determination of copper, lead, mercury and arsenic in traditional-prepared Chinese medicine for export—Atomic absorption spectrophotometer

1　范围

本标准规定了出口中成药中铜、铅、汞、砷含量检验的抽样、制样和原子吸收分光光度测定方法。

本标准适用于六味地黄丸、新癀片等出口中成药中铜、铅、汞、砷含量检验。

2　引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SN/T 0005—1996　出口商品中农药、兽药残留量及生物毒素生物学检验方法标准编写的基本规定

3　定义

本标准采用下列定义。

检验批：

同一生产批号为一检验批。

同一生产批号的商品应具有相同的特征，如品名、包装、标记、产地、规格和等级等。

4　抽样和制样

4.1　抽样数量

总箱(件)数在100件以下的，取样3件；

100件～1 000件，按3%取样；

超过1 000件的，超过部分按1%取样；

不足3件的，逐件取样。

4.2　抽样方法

按4.1规定的抽样件数随机抽取，逐件开启。颗粒状、粉末状的中成药可用取样器抽取样品，在每一箱(件)的不同部位至少抽取2份～3份样品。

每一箱(件)的取样量一般按下列规定：

一般中成药10 g～50 g；贵重中成药2 g～5 g。

每一检验批样品应加封，标明标记、批次，送实验室。

4.3　试样制备

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局2001-12-30批准　　2002-06-01实施

将抽取样品混合均匀，分出两份，一份作为存查样品，另一份用粉碎机或玛瑙研钵粉碎，磨成粉末，过孔边长 0.45 mm(40 目)筛，装入洁净容器内，作为检验样品，密封，并标明标记。

4.4 样品保存

样品密封保存于室温。

注：在抽样和制样过程中，必须防止样品受到污染。

5 铜的测定

5.1 方法提要

样品经消化处理后，导入原子吸收分光光度计中原子化，吸收 324.8 nm 共振线，在一定浓度范围内，其吸收值与铜含量成正比，与标准系列比较定量。

5.2 试剂

a) 硝酸：优级纯。

b) 高氯酸：优级纯。

c) 过氧化氢：分析纯。

d) 1%硝酸溶液。

e) 10%硝酸溶液。

f) 铜标准储备溶液：国家标准溶液，1 mL 含铜 1 000 μg。

g) 铜标准工作溶液：吸取 10.00 mL 铜标准储备液〔5.2 f)〕，置于 100 mL 容量瓶中，用 1%硝酸溶液〔5.2 d)〕稀释至刻度，摇匀，如此多次稀释至每毫升铜含量相当于 10 μg。

本实验用水均为去离子水，电阻率大于 16 mΩ/cm。

5.3 仪器

所用玻璃容器均以 10%硝酸溶液〔5.2 e)〕浸泡 24 h 以上，用去离子水冲洗、晾干，备用。

a) 原子吸收分光光度计，附铜空心阴极灯。

b) 微波消化系统(备有压力控制系统)。

c) 电热板。

5.4 分析步骤

5.4.1 样品消化——微波消化法

称取样品 0.25 g(精确到 0.001 g)，于微波消化罐中，加入 3.0 mL 硝酸，2.0 mL 过氧化氢，旋紧消化罐，置于微波消化炉中消化(消化条件可参考表 1)。消化完毕后，把消化罐移入冰箱中冷却至室温，再把消化液移入 25 mL 容量瓶中，用去离子水洗涤消化罐，洗涤液合并于容量瓶中，定容。随同做试剂空白试验。

表 1 微波消化系统工作条件

步　　骤	1	2	3	4	5
功率/W	100	100	100	100	100
消化罐压力/psi	40	60	80	100	120
保持时间/min	3	5	10	5	5

注

1 上述功率为 100%即微波系统工作功率为 630 W 时，可同时消化 12 个样品。酸的用量、功率的大小和消化时间的长短可视样品的数量及样品消化的难易程度作适当改变。原则上，消化完毕后，消化液应呈浅黄色或无色透明溶液。

2 消化罐压力应逐渐增加，以免反应过于激烈，引起消化罐爆裂。

3 消化完毕后应让消化罐于微波炉中冷却 10 min～20 min 后方可取下。

5.4.2 样品消化——湿法消化法

称取样品 1 g(精确到 0.001 g)于三角瓶中,放入数粒玻璃珠,加 8 mL 硝酸,2 mL 高氯酸,于电热板上 75℃加热 30 min。在三角瓶上方盖一小漏斗,升温至 150℃消化(若变棕黑色,应补加硝酸),直至消化液呈浅黄色透明状,移去小漏斗,升温至 220℃继续加热至冒白烟,近干。冷却后,用 1%硝酸溶液〔5.2 d)〕溶解白色残渣并洗涤消化容器,洗液合并于 50 mL 容量瓶中(必要时过滤),用 1%硝酸溶液〔5.2 d)〕定容,混匀备用;随同做试剂空白试验。

5.4.3 测定

吸取 0.0 mL、0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL 铜标准工作液〔5.2 g)〕,分别置于 10 mL 容量瓶中,以 1%硝酸溶液〔5.2 d)〕稀释至刻度,摇匀。此容量瓶中每毫升溶液的铜含量分别相当于 0.00 μg、0.10 μg、0.50 μg、1.00 μg、1.50 μg。

将试剂空白液、铜标准溶液和处理后的样液分别导入调至最佳条件的火焰原子化器进行测定。参考条件:灯电流 4 mA,波长 324.8 nm,光谱通带 0.5 nm,空气流量 13.5 L/min,乙炔流量 2 L/min。以铜含量和对应吸光度比较计算,求得铜含量。

5.5 计算

火焰法样品中铜的含量按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(c_1 - c_0) \times V_1 \times 1\,000}{m_1 \times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:X_1——样品中铜的含量,mg/kg;

c_1——测定用样品溶液中铜的含量,μg/mL;

c_0——试剂空白液中铜的含量,μg/mL;

V_1——样品处理后的总体积,mL;

m_1——样品质量,g。

5.6 方法的测定低限、回收率

5.6.1 测定低限

微波消化法为 10 mg/kg,湿法消化法为 5 mg/kg。

5.6.2 回收率

铜的添加浓度在 10 mg/kg 时,回收率为 98.8%;

铜的添加浓度在 50 mg/kg 时,回收率为 96.8%;

铜的添加浓度在 150 mg/kg 时,回收率为 99.4%。

6 铅的测定

6.1 方法提要

样品经消化处理后,注入原子吸收分光光度计石墨炉中,电热原子化后吸收 283.3 nm 共振线,在一定浓度范围内,其吸收值与铅含量成正化,与标准系列比较定量。

6.2 试剂

a) 硝酸:优级纯。

b) 高氯酸:优级纯。

c) 过氧化氢:分析纯。

d) 铅标准储备溶液:国家标准溶液,1 mL 含铅 1 000 μg。

e) 铅标准工作溶液:吸取 10.00 mL 铅标准储备液〔6.2 d)〕置于 100 mL 容量瓶中,用 1%硝酸溶液〔5.2 d)〕稀释至刻度。此溶液每毫升铅含量相当于 100 μg。

f) 铅标准系列溶液:每次吸取铅标准工作溶液〔6.2 e)〕1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 1%硝酸溶液〔5.2 d)〕至刻度,如此多次稀释至每毫升含铅量为 0.0 ng,20.0 ng,40.0 ng,60.0 ng,80.0 ng,

100.0 ng。

g）1%磷酸二氢铵溶液。

实验用水均为去离子水，电阻率大于 16 mΩ/cm。

6.3 仪器

所用玻璃容器均以 10%硝酸溶液〔5.2 e)〕浸泡 24 h 以上，用去离子水冲洗、晾干，备用。

a）原子吸收分光光度计(附石墨炉、自动进样器及铅空心阴极灯)。

b）微波消化系统按 5.3 b)。

c）电热板。

6.4 分析步骤

6.4.1 样品消化——微波消化法

按 5.4.1。

6.4.2 样品消化——湿法消化法

按 5.4.2。

6.4.3 测定

6.4.3.1 仪器条件：根据仪器的不同性能将其调至最佳状态。参考条件为：波长 283.3 nm，狭缝 0.5 nm，灯电流 5 mA，设置进样温度 90℃，干燥温度(Ⅰ)120℃，升温 10 s；干燥温度(Ⅱ)300℃，升温 15 s，持续 30 s；灰化温度 600℃，升温 10 s，持续 10 s；原子化温度 2 150℃，升温 1.4 s，持续 2 s；清扫温度2 150℃，持续 2 s；背景校正为氘灯或塞曼效应。

6.4.3.2 校准曲线绘制：石墨炉自动进样器分别吸取铅标准溶液 0.0 ng/mL，20.0 ng/mL，40.0 ng/mL，60.0 ng/mL，80.0 ng/mL，100.0 ng/mL 各 10 μL，1%磷酸二氢铵溶液〔6.2 g)〕各 4 μL，注入石墨炉测定其吸光值，以铅含量对应吸光度比较计算，求得铅含量。

6.4.3.3 样品测定：以自动进样器分别吸取试剂空白溶液、样液各 10 μL，1%磷酸二氢铵溶液〔6.2 g)〕4 μL，注入石墨炉测定其吸光值，与曲线比较或代入方程求得铅含量。

6.5 计算

样品中铅含量按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{(c_2 - c_0) \times V_2 \times 1\,000}{m_2 \times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：X_2——样品中铅的含量，mg/kg；

c_2——测定用样品溶液中铅的含量，μg/mL；

c_0——试剂空白液中铅的含量，μg/mL；

V_2——样品处理后的总体积，mL；

m_2——样品质量，g。

6.6 方法的测定低限、回收率

6.6.1 测定低限

微波消化法为 1 mg/kg，湿法消化法为 0.5 mg/kg。

6.6.2 回收率

铅的添加浓度在 1.00 mg/kg 时，回收率为 103.6%；

铅的添加浓度在 10 mg/kg 时，回收率为 92.9%；

铅的添加浓度在 20 mg/kg 时，回收率为 93.1%。

7 汞的测定

7.1 方法提要

汞蒸气对波长 253.7 nm 的共振线具有强烈的吸收作用。样品经消化处理，除去残余的氮氧化物和

过氧化氢，在强酸性介质中，用氯化亚锡将离子态汞还原成原子态（汞蒸气），以氩气作为载体，把汞蒸气导入石英管，进行冷原子吸收测定。在一定浓度范围内，该吸收值与汞含量成正比，将其与标准系列比较确定汞含量。

7.2 试剂

a）硝酸：优级纯。

b）硫酸：优级纯。

c）过氧化氢：分析纯。

d）0.1%重铬酸钾溶液：称取 1.00 g 重铬酸钾，溶于水中，加入 5.0 mL 硝酸，用去离子水稀释至 1 000 mL。

e）汞标准储备溶液：国家标准溶液，1 mL 含汞 1 000 μg。

f）汞标准工作溶液：由汞标准储备液〔7.2 e）〕以 0.1%重铬酸钾溶液〔7.2 f）〕逐级稀释而成，现用现配。

g）五氧化二矾：分析纯。

h）饱和高锰酸钾溶液。

i）20%盐酸羟胺溶液。

j）氯化亚锡溶液：称取 20 g 氯化亚锡，于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸，于电热板上加热至完全溶解，再加入去离子水至 100 mL。现用现配。

实验用水均为去离子水，电阻率大于 16 mΩ/cm。

7.3 仪器

所用玻璃容器均以 10%硝酸溶液〔5.2 e）〕浸泡 24 h 以上，用去离子水冲洗、晾干、备用。

a）原子吸收分光光度计（附连续流动氢化物发生装置、石英管、汞空心阴极灯）。

b）微波消化系统按 5.3 b）。

c）电热板。

7.4 分析步骤

7.4.1 样品消化——微波消化法

称取样品 0.25 g（精确到 0.001 g），置于微波消化罐中，加入 3.0 mL 硝酸，2.0 mL 过氧化氢，旋紧消化罐，置于微波消化炉中消化（消化条件可参考表 1）。消化完毕后，把消化罐移入冰箱冷却至室温。旋开消化罐，加入 5 mL 去离子水，把消化罐置于水浴中加热至溶液微沸并保持 10 min，除去残余氮氧化物和过氧化氢，冷却，转移至 25 mL 容量瓶中，用去离子水洗涤消化罐，合并洗液于容量瓶中，滴加饱和高锰酸钾溶液〔7.2 h）〕保持数分钟不褪色，测定前以盐酸羟胺溶液〔7.2 i）〕还原至无色，定容至刻度备用。随同作试剂空白试验。

7.4.2 样品消化——回流消化法

称取样品 1 g（精确到 0.001 g），置于三角瓶中，加 10 mL 硝酸，2 mL 硫酸，40 mg 五氧化二矾〔7.2 g）〕，转动三角瓶防止局部炭化。装上冷凝管后，于电热板上低温加热，开始发泡时停止加热，发泡停止后，加热回流 2 h～3 h。如加热过程中溶液出现棕色，应补加硝酸继续加热回流，至溶液透明澄清或略带浅黄色，冷却后，从冷凝管上端小心加入 10 mL 去离子水，继续加热回流约 10 min，用适量去离子水冲洗冷凝管，洗液并入消化液中，将消化液移入 50 mL 容量瓶中（必要时经玻璃棉过滤），用少量水洗三角瓶、滤器，洗液并入容量瓶中，滴加饱和高锰酸钾溶液〔7.2 h）〕保持数分钟不褪色，测定前以盐酸羟胺溶液〔7.2 i）〕还原至无色，加水至刻度混匀备用。随同做试剂空白试验。

7.4.3 测定

吸取 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 汞标准工作液〔7.2 f）〕，分别置于 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸，1 mL0.1%重铬酸钾溶液〔7.2 d）〕，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升中汞含量分别相当于 0.0 ng，1.0 ng，2.0 ng，4.0 ng，6.0 ng，8.0 ng。

将上述试剂空白液、汞标准溶液和样品溶液分别导入氢化物发生系统，以氯化亚锡溶液〔7.2 j)〕为还原剂进行连续流动冷原子吸收测定。仪器参考条件为：原子吸收波长 253.7 nm，狭缝 0.5 nm，灯电流 4 mA，测量延迟时间 55 s；氢化物发生器参考条件为：三通道中，去离子水流速 1.0 mL/min，样品流速 7.0 mL/min，氯化亚锡溶液〔7.2 j)〕流速 1.0 mL/min。以汞含量和对应吸光度比较计算，求得汞含量。

7.5 计算

汞含量按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{(c_3 - c_0) \times V_3 \times 1\,000}{m_3 \times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：X_3——样品中汞的含量，mg/kg；

c_3——测定用样品溶液中汞的含量，μg/mL；

c_0——试剂空白液中汞的含量，μg/mL；

V_3——样品处理后的总体积，mL；

m_3——样品质量，g。

7.6 方法的测定低限、回收率

7.6.1 测定低限

微波消化法为 0.1 mg/kg，回流消化法为 0.05 mg/kg。

7.6.2 回收率

汞的添加浓度在 0.10 mg/kg 时，回收率为 107.8%；

汞的添加浓度在 0.20 mg/kg 时，回收率为 103.5%；

汞的添加浓度在 0.50 mg/kg 时，回收率为 106.7%。

8 砷的测定

8.1 方法提要

样品经微波消化后，砷以五价形式存在。当溶液氢离子浓度大于 1.0 mol/L 时，加入碘化钾-硫脲混合溶液，将五价砷还原为三价，加入硼氢化钠，形成砷化氢气体，用氩气为载体，导入乙炔焰加热的石英管原子化器中原子化，用原子吸收分光光度计于波长 193.7 nm 处测定其吸光值，该吸光值与砷含量成正比。取其与标准系列比较确定砷含量。

8.2 试剂

a) 硝酸：优级纯。

b) 盐酸：分析纯。

c) 高氯酸：优级纯。

d) 过氧化氢：分析纯。

e) 6 mol/L 盐酸溶液。

f) 1 mol/L 盐酸溶液。

g) 砷标准储备液：国家标准溶液，1 mL 含砷 1 000 μg。

h) 砷标准工作液：取 1 mL 砷标准储备液〔8.2 g)〕置于 100 mL 容量瓶中，用 1 mol/L 盐酸〔8.2 f)〕稀释至每毫升溶液中砷含量相当于 0.100 μg。

i) 硼氢化钠(0.6 g/50 mL)溶液与氢氧化钠(0.5 g/50 mL)溶液 1∶1 混合。

j) 碘化钾(250 g/500 mL)溶液与硫脲(25 g/500 mL)溶液 1∶1 混合。

实验用水均为去离子水，电阻率大于 16 mΩ/cm。

8.3 仪器

所用玻璃容器均以 10%硝酸溶液〔5.2 e)〕浸泡 24 h 以上，用去离子水冲洗、晾干，备用。

a) 原子吸收分光光度计(附氢化物发生器，测砷 T 型石英管，砷空心阴极灯)。

b）微波消化系统按 5.3 b）。

c）电热板。

8.4 分析步骤

8.4.1 样品消化——微波消化法

称取样品 0.25 g(精确到 0.001 g)，置于微波消化罐中，加入 3.0 mL 硝酸，2.0 mL 过氧化氢，旋紧消化罐，置于微波消化系统中进行微波消化(系统参考条件见表 1)。消化完毕后，把消化罐移入冰箱中冷却至室温。旋开消化罐，把消化液移入 100 mL 三角瓶中，用去离子水洗涤消化罐，洗涤液合并于三角瓶中。滴加 0.5 mL 高氯酸，置于电热板上 220℃加热至冒白烟，近干。此时溶液应澄清无色或略带有少量白色结晶固体。冷却后，加入约 15 mL 1 mol/L 盐酸溶液〔8.2 f)〕溶解白色残渣，1 mL 碘化钾-硫脲混合液〔8.2 j)〕，转移入 25 mL 容量瓶，同时用 1 mol/L 盐酸溶液〔8.2 f)〕清洗三角瓶，洗液一并移入容量瓶，定容，摇匀。把容量瓶移入 75℃的水浴中加热 15 min 后取出冷却至室温，或在室温下放置 50 min。随同做试剂空白试验。

8.4.2 样品消化——湿法消化

称取样品 1 g(精确到 0.001 g)于三角瓶中，放入数粒玻璃珠，加 8 mL 硝酸，2 mL 高氯酸，于电热板上 75℃加热 30 min。在三角瓶上方盖一小漏斗，升温至 150℃消化(若变棕黑色，应补加硝酸)，直至消化液呈浅黄色透明状，移去小漏斗，升温至 220℃继续加热至冒白烟，近干。残余消化液应呈无色透明或带少量白色残渣。用 1 mol/L 盐酸溶液〔8.2 f)〕洗涤三角烧瓶，洗涤液一并移入 50 mL 容量瓶中。加入 2 mL 碘化钾-硫脲混合液〔8.2 j)〕，用 1 mol/L 盐酸〔8.2 f)〕溶液定容摇匀。随同做试剂空白试验。

8.4.3 测定

吸取 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL 砷标准工作液〔8.2 h)〕，分别置于 25 mL 容量瓶中，加入 1 mL 碘化钾-硫脲混合液〔8.2 j)〕。

用 1 mol/L 盐酸溶液〔8.2 f)〕稀释至刻度，混匀(每毫升溶液中砷含量分别相当于 0.0 ng，2.0 ng，4.0 ng，6.0 ng，8.0 ng，10.0 ng)，移入 75℃的水浴锅中加热 15 min，取出冷却至室温，或在室温下放置 50 min。

将上述试剂空白液、砷标准溶液和处理后的样品溶液导入调至最佳条件的氢化物发生器进行火焰原子化器测定。参考条件：波长 193.7 nm，灯电流 10 mA，狭缝 0.2 nm，测定延长时间 30 s，空气流量 13.5 L/min，乙炔流量 2.0 L/min。氢化物发生器参考条件为：三通道中盐酸溶液〔8.2 e)〕流速 1 mL/min，硼氢化钠与氢氧化钠混合液〔8.2 i)〕流速 1 mL/min，样品溶液流速 7.0 mL/min。以砷标准溶液含量和对应吸光度比较计算，求出砷含量。

8.5 计算

砷含量按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{(c_4 - c_0) \times V_4 \times 1\,000}{m_4 \times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：X_4——样品中砷的含量，mg/kg；

c_4——测定用样品溶液中砷的含量，μg/mL；

c_0——试剂空白液中砷的含量，μg/mL；

V_4——样品处理后的总体积，mL；

m_4——样品质量，g。

8.6 方法的测定低限、回收率

8.6.1 测定低限

微波消化法为 0.5 mg/kg，湿法消化法为 0.25 mg/kg。

8.6.2 回收率

砷的添加浓度在 0.5 mg/kg 时，回收率为 99.1%；

砷的添加浓度在 2.0 mg/kg 时，回收率为 102.7%；
砷的添加浓度在 5.0 mg/kg 时，回收率为 103.4%。

SN/T 0989-2001

版权专有　侵权必究

*
书号：155066·2-14336
定价：　8.00 元