

9014 兽用中药中铝、铬、铁、钡元素测定指导原则

中药在种植、生产、加工等过程中可能会引入铝、铬、铁、钡等金属元素，其含量过高会带来潜在危害，本指导原则用于中药中铝、铬、铁、钡元素的测定。

基本原则

本指导原则适用于除矿物药或含矿物药的制剂以外的中药中铝、铬、铁、钡元素的测定，并可与铅、镉、砷、汞、铜测定法（附录 2321）联合应用。

基本方法

方法的选择 首选多元素同时测定的电感耦合等离子体质谱法（附录 0412），也可采用与电感耦合等离子体质谱法灵敏度相当的其他方法。

仪器参数的设定 应根据选用的电感耦合等离子体质谱仪器型号的特点，合理设置仪器参数，并采用干扰方程或开启碰撞反应池等手段消除质谱型干扰。仪器的一般参考条件：射频功率为 1250~1550W，采样深度为 6.0~10.0mm，载气流速为 0.65~1.20L/分钟，载气补偿气流速为 0~0.55L/分钟，样品提升速率为 0.1ml/分钟，积分时间为 0.3~3.0 秒，重复次数为 3 次。

分析方法的选择 为减少工作条件变化对分析结果的影响，提高定量分析的准确度，建议采用内标校正的标准曲线法进行分析。

目标同位素的选择 对于待测元素及内标元素，目标同位素一般应选择干扰少、丰度较高的同位素，也可采用多个同位素对测定结果进行验证和比较。一般情况下，铝、铬、铁、钡元素选择 ^{27}Al 、 ^{53}Cr 、 ^{57}Fe 、 ^{137}Ba ，内标同位素分别为 ^7Li 、 ^{45}Sc 、 ^{45}Sc 、 ^{115}In 。

标准品溶液的配制 在选定的仪器条件下，测定不少于 6 个不同浓度（含零点）的待测元素标准系列标准溶液，一般浓度范围为每 1ml 含待测元素 0~200.0 μg 。标准溶液的介质与酸度应与供试品溶液一致。可根据待测元素的含量合理调整标准系列标准溶液的浓度。除另外规定外，目标同位素峰的响应值与浓度所得回归方程的相关系数应不低于 0.99。

供试品溶液的配制 中药样品基质复杂，前处理方法会直接影响测定结果的精密度和准确度。目前元素分析的样品前处理方法一般可分为干法灰化、湿法消解与微波消解等。本指导原则样品前处理方法推荐微波消解法，以减少元素损失，应根据各微波消解仪的型号，合理设置微波消解程序，并选用适宜的消解试剂保证中药中有机基质被完全消解。一般选择硝酸或硝酸与盐酸的混合酸进行消解。

待消解后的溶液待放冷后，应小心地开启消解罐，将消解后的溶液转移至 50ml 聚四氟乙烯材料的量瓶中，用水洗涤罐盖及罐壁数次，并将洗液合并入量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，即得。同时取相同试剂，置耐压耐高温微波消解罐中，同供试品溶液制备方法制成试剂空白溶液。

注意事项 应注意试验环境、使用器皿、试剂等对待测元素的污染问题，应保证实验环境的洁净、采用高浓度酸液浸泡器皿并使用高纯度试剂。

当供试品溶液中某元素浓度过高时，应进行必要的稀释，以保证结果的准确，一般建议浓度由低到高，防止仪器的污染。

每次试验中，应采用可溯源的标准物质或回收率试验，对测定结果进行验证，以保证结果的准确可靠。