**卡马西平片品种铅项目检验方法**

**【检查】铅** 照电感耦合等离子体质谱法（通则0412）测定。

**仪器参数的设置** 应根据选用的电感耦合等离子体质谱仪型号的特点，合理设置仪器参数。一般参考条件：Plasma功率1550W；载气流量0.8L/min；驻留时间0.02s；扫描次数20；模式KED。

**溶剂** 量取硝酸28.5ml，用水稀释至1000ml，混匀，即得。

**内标溶液的制备** 精密量取铋元素标准液适量，用溶剂稀释制成200ng/ml的溶液。

**标准品溶液的制备** 精密量取铅元素标准液适量，用溶剂稀释制成200ng/ml的溶液，作为铅标准品贮备液。分别精密量取铅标准贮备液0.05ml、0.25ml、0.5ml、0.75ml和1ml，置50ml量瓶中，精密加入内标溶液0.5ml，用溶剂稀释至刻度，摇匀，制成浓度为0.2ng/ml、1ng/ml、2ng/ml、3ng/ml和4ng/ml的溶液。

**供试品溶液的制备** 取供试品约0.1g，精密称定，置消解罐中，加入硝酸4ml和浓过氧化氢溶液1ml，置加热板上，在120℃预消解半小时，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，取消解罐在140℃赶酸至近干，放冷，用溶剂转移至50ml量瓶中，精密加入内标溶液0.5ml，用溶剂稀释至刻度，摇匀。

**空白溶液的制备** 取消解罐，加入硝酸4ml和浓过氧化氢溶液1ml，照供试品溶液的制备方法制备。

**测定法** 分别取标准品溶液、空白溶液和供试品溶液注入电感耦合等离子体质谱仪，记录铅元素及内标元素的响应值。以标准品溶液铅浓度为横坐标，对其相应铅元素与内标元素响应值的比值为纵坐标作直线回归，求得直线回归方程；将测得的供试品溶液铅元素与内标元素响应值的比值代入直线回归方程，计算，即得。

**限度** 不得过1μg/g。