**清热解毒口服液中铅、镉、砷、汞、铜检查项目电感耦合等离子体质谱检验方法**

**【检查】铅、镉、砷、汞、铜**

**一、试药和试剂**

铅、镉、砷单元素标准溶液批号分别为19C045-8、19C021-4、19C028-4，含量均为1000µg/mL，购于国家有色金属及电子材料分析测试中心；、汞、铜、单元素标准溶液批号分别为20053、19094、19C028-4，含量均为1000µg/mL，购于中国计量科学研究院；钙单元素标准溶液批号为L1913081，含量为1000µg/mL，购于阿拉丁；内标溶液（含 Bi、Ge、In、Li、Lu、Rh、Sc、Tb 各 100 μg/mL，批号 3-189MKBY2）和调谐液（含Ce、Co、Li、Mg、TI、Y各1μg /mL，批号 23-196GSX2）均购于美国 Agilent 公司。硝酸为 UP 级（苏州晶瑞化学股份有限公司），纯水（Millipore Synergy制得）。

**二、仪器**

Agilent 7900 电感耦合等离子体色谱；CEM MARS6 微波消解仪；Mettler Toledo XS105DU电子天平；Millipore Synergy超纯水机。

**三、方法**

参照《中国药典》2020年版四部〈2321〉“铅镉砷汞铜测定法”第二法电感耦合等离子体质谱法。

**色谱条件**：He反应模式；峰型取3个点；重复次数3；扫描次数100；全定量分析；元素积分时间Pb、Cu为0.3s，Hg为2s，As、Cd为1s，样品提升速度0.3rps，提升时间20s，稳定时间20s；等离子体流量15L·min-1；射频功率1550W；载气流量1.09L/min。

**标准溶液配制**：分别精密量取铅、镉、砷、汞、铜单元素标准溶液适量，加2%硝酸溶液稀释制成每1mL分别含2、1、2、1、5μg的单元素贮备溶液。精密量取上述贮备液适量，用2%硝酸溶液稀释至成每1mL含铅 0、1、5、10、50ng；含砷 0、1、5、10、50ng；含镉 0、0.5、1、5、10ng；含铜 0、5、10、50、100ng的系列浓度混合标准溶液；钙标准溶液配制：精密量取钙储备液适量，用10%硝酸稀释成0ng、50ng、100ng、200ng、500ng的系列浓度混合溶液；另单独配制含汞 0、1、2、3、4ng的系列浓度标准溶液（汞标准溶液临用新配）。

**供试品制备**： 片剂取样品约0.3g，口服液取约3g，精密称定，加入硝酸8 mL，100℃预消解30min，放冷，密塞，微波消解（消解程序：1000W，爬坡5分钟，保持10分钟；1200W，爬坡10分钟，保持25分钟），放冷，取出，用超纯水转移至50 mL量瓶中，并冲洗3次，定容，即得。同法制备空白对照溶液。

**内标溶液配制**： 精密量取浓度为100 μg/mL的内标溶液适量，加入 2%硝酸配制成浓度为100 ng/mL 的混合溶液，作为内标溶液。

**检测方法**： 依次采集系列浓度混合标准溶液、空白对照溶液、供试品溶液、系列浓度汞元素标准溶液数据，同时引入内标监测仪器状态。若样品浓度超过标曲范围，则稀释相应倍数使其在范围内。

**参考限度：**铅不得过5mg/kg，镉不得过1mg/kg，砷不得过2mg/kg，汞不得过0.2mg/kg，铜不得过20mg/kg。