



中华人民共和国国家标准

GB/T 19618—2004

甘 草

Licorice

2004-12-28 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

制定本标准的样品采自内蒙古杭锦旗、鄂托克前旗、赤峰以及新疆巴楚县、阿克苏和库尔勒等地，全部是当地野生甘草加工成的商品等级甘草。

制定本部分时，考虑到地域的差异及传统习惯，保留了西甘草及东甘草分等标准，但由于其仅外观分等不一致，内在质量控制指标都一样，故将其归入一个标准中，仅技术要求不同。

本部分由国家中医药管理局提出。

本部分起草单位：陕西中药研究所，内蒙古伊克昭盟医药分公司，宁夏灵武市医药药材公司。

本部分起草人员：曹爱兰、常思明、徐永厚、朱学礼、杜文娟、赵育民、李永新。

甘 草

1 范围

本标准规定了西甘草、东甘草分等质量标准的术语、技术要求和检验方法等内容。

本标准适用于西甘草、东甘草的加工、收购、调拨和销售。

本标准所指甘草为豆科植物甘草(*Glycyrrhiza uralensis* Fisch)、胀果甘草(*Glycyrrhiza inflata* Bat.)及光果甘草(*Glycyrrhiza glabra* L.)干燥根及根茎的加工产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

中华人民共和国药典二〇〇〇年版一部(以下简称《2000 版药典一部》)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

条草 high grade licorice

西甘草斩头去尾,单枝直条,长 20 cm~50 cm;东甘草单枝顺直条形,不斩头尾,长 40 cm 以上。

3.2

草节 festival of the licorice

条草加工中剩余的甘草短节,长 20 cm 以下。

3.3

毛草 the small licorice(root)

西甘草顶端直径 ≤ 0.5 cm 的小甘草;东甘草芦下 3 cm 处,直径 ≤ 0.5 cm 的圆柱形小甘草。

3.4

疙瘩头 a small knob or head-shaped part on the licorice

加工甘草时砍下的根头。

3.5

统货 gradeless and uniformly-priced licorice

同规格不分等的甘草。

3.6

口径与尾径 head diameter end diameter

甘草加工成段的顶端与末端直径。

3.7

断面 section

甘草折断的碴口。

3.8

切口 notch

甘草加工之刀口。

3.9

鼠尾草 the licorice like the rat tail
条草口径与尾径相差过大,形如大头鼠尾。

3.10

须根 fibrous licorice(root)
甘草大根上长出的毛细根。

3.11

杂质 impurity
甘草中夹杂的非药用部分。

3.12

霉变 milden and rot
甘草内部发霉变质(表皮轻微霜霉,去净后不影响疗效者不为霉变)。

3.13

眼圈草 phloem of the licorice
甘草加工后木质部与皮层部分或全部分离。

3.14

黑心草 black core of licorice
切口中心呈黑色的甘草。

3.15

脱皮草 ablate above one third of licorice husk
外皮脱落 1/3 以上的甘草。

3.16

放风口 cutting edge
为加快甘草干燥,对粗大条草局部部位切开的刀口。

3.17

伸刀 cutting edge
为顺直条草而切开的刀口。

3.18

黑疤草 black scar of licorice
表面有黑疤的甘草。

3.19

西甘草 west licorice(root)
中国内蒙古西部、新疆、宁夏、陕西、甘肃、青海等省(区)产的商品甘草(俗称西草)。

3.20

东甘草 east licorice(root)
中国东北、内蒙古东部、河北和山西等地所产甘草,一般不斩头尾(俗称东草)。

3.21

等间互混允许量 weight percentage about mixed each other rank licorice
条草中低等级混入相邻高等级或高等级混入相邻低等级的质量百分率。

4 产品分等

4.1 西甘草分为四个规格八个等级。

4.1.1 规格:条草、草节、毛草和疙瘩头。

- 4.1.2 等级:条草一等、条草二等、条草三等、条草四等、条草统货、草节统货、毛草统货和疙瘩头统货。
 4.2 东甘草分为二个规格五个等级。
 4.2.1 规格:条草和毛草。
 4.2.2 等级:条草一等、条草二等、条草三等、条草统货和毛草统货。

5 要求

5.1 西甘草要求见表1。

表1 西甘草要求

序号	项 目	条 草					草 节	毛 草	疙瘩头	
		一等	二等	三等	四等	统货	统货	统货	统货	
1	长度/cm	20~50	20~50	20~50	20~50	20~50	≤20	不分	不分	
	口径/cm	>1.8	>1.2~ 1.8	>0.9~ 1.2	>0.5~ 0.9	>0.5~ >1.8	>0.5	≤0.5	不分	
	尾径/cm	≥1.2	≥0.9	≥0.5	≥0.3	—	—	—	—	
	形状	圆柱形 单枝直条						圆柱单条	不规则	
	断面	黄白色 粉性							黄白色	
	切口	整齐							—	
	味道	味甜							味甜	
	表面颜色	红棕色 棕黄色或灰棕色							—	
	鼠尾草	无	无	无	无	无	—	—	—	
	须根	无	无	无	无	无	无	无	无	
	杂质/(%)	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<1.0	<1.5	<1.0	
	虫蛀	无	无	无	无	无	无	无	无	
	霉变	无	无	无	无	无	无	无	无	
	眼圈草 ¹⁾	眼圈长:圈总长	<1/3	<1/3	<1/3	<1/3	<1/3	—	—	—
		允许量/(%)	≤3	≤3	≤3	≤3	≤3	—	—	—
	黑心草 ¹⁾	黑心直径/cm	<0.32	<0.30	<0.16	<0.10	<0.23	—	—	—
		允许量/(%)	≤3	≤3	≤3	≤3	≤3	—	—	—
	黑疤草 ¹⁾	疤面积:总面积	<1/3	<1/3	<1/3	<1/3	<1/3	—	—	—
		允许量/(%)	≤5	≤5	≤5	≤5	≤5	—	—	—
脱皮草 ¹⁾	脱皮面积:总面积	<1/3	<1/3	<1/3	<1/3	<1/3	—	—	—	
	允许量/(%)	≤10	≤10	≤10	≤10	≤10	—	—	—	
放风口 ¹⁾	个/根	≤3	≤3	无	无	≤3	—	—		
伸刀 ¹⁾	刀/根	≤3	≤3	≤3	无	≤3	—	—		
等间互混允许量/(%)		≤5	≤5	≤5	≤5	—	—	—		
2	甘草鉴别试验	应符合《2000 版药典一部》规定								
3	水分/(%)	≤12.0	≤12.0	≤12.0	≤12.0	≤12.0	≤12.0	≤12.0	≤12.0	
4	总灰分/(%)	≤7.0	≤7.0	≤7.0	≤7.0	≤7.0	≤7.0	≤7.0	≤7.0	

表 1(续)

序号	项 目	条 草					草 节	毛 草	疙 瘩 头
		一 等	二 等	三 等	四 等	统 货	统 货	统 货	统 货
5	酸不溶性灰分/(%)	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0
6	甘草酸/(%)	≥2.5	≥2.5	≥2.5	≥2.5	≥2.5	≥2.5	≥2.5	≥2.5
7	农药残留/(μg/g)	六六六	≤0.05	≤0.05	≤0.05	≤0.05	≤0.05	≤0.05	≤0.05
		DDT	≤0.01	≤0.01	≤0.01	≤0.01	≤0.01	≤0.01	≤0.01
8	有害元素/(μg/g)	Pb	≤0.5	≤0.5	≤0.5	≤0.5	≤0.5	≤0.5	≤0.5
		Cd	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2
		As	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3
		Hg	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.1
1) 内贸时不检查。									

5.2 东甘草要求见表 2。

表 2 东甘草要求

序号	项 目	条 草				毛 草
		一 等	二 等	三 等	统 货	统 货
1	长度/cm	>60 占 50%以上 30~60 占 50%以下	>50 占 50%以上 20~50 占 50%以下	>40 占 50%以上 13~40 占 50%以下	13~60	不分
	芦下 3 cm 处直径/cm	>1.5	>1.0~1.5	>0.5~1.0	>0.5~>1.5	≤0.5
	形状	圆柱形,上粗下细,不斩头尾,单枝条顺直				圆柱单条
	断面	黄白色,有粉性				
	味道	味甜				
	表面颜色	紫红色或灰褐色				
	须根	无	无	无	无	无
	枝杈	无	无	无	无	无
	杂质/(%)	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<1.3
	虫蛀	无	无	无	无	无
	霉变	无	无	无	无	无
	无头草(根)/(%)	≤5	≤10	≤20	≤10	—
2	甘草鉴别试验	应符合《2000 版药典一部》规定				
3	水分/(%)	≤12.0	≤12.0	≤12.0	≤12.0	≤12.0
4	总灰分/(%)	≤7.0	≤7.0	≤7.0	≤7.0	≤7.0
5	酸不溶性灰分/(%)	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0
6	甘草酸/(%)	≥2.5	≥2.5	≥2.5	≥2.5	≥2.5
7	农药残留/	六六六	≤0.05	≤0.05	≤0.05	≤0.05
	(μg/g)	DDT	≤0.01	≤0.01	≤0.01	≤0.01
8	有害元素/	Pb	≤0.5	≤0.5	≤0.5	≤0.5
		Cd	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2
		As	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3
		Hg	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.1

6 检验方法

6.1 外观质量检查

可按《2000 版药典一部》附录“药材取样法”取样,按表 1 中序号 1 所列项目进行。

6.2 样品

从外观质量检查合格的样品中,随机取样 500 g,粉碎,过二号筛,充分混匀,装瓶备用(以下称供试品)。

6.3 甘草鉴别试验

可按《2000 版药典一部》鉴别项下进行。

6.4 内在质量检查

6.4.1 水分试验

取供试品 5 g,其他按《2000 版药典一部》附录“水分测定法”中“烘干法”进行。

6.4.2 总灰分和酸不溶性灰分试验

取供试品 3 g,其他按《2000 版药典一部》附录“灰分测定法”中总灰分测定法和酸不溶性灰分测定法进行。

6.4.3 甘草酸测定试验

6.4.3.1 仪器

6.4.3.1.1 高效液相色谱仪色谱条件:

- a) 色谱柱:RpC₁₈柱,10 μm,4.6 mm(内径)×220 mm;
- b) 柱温:室温;
- c) 流动相:甲醇-水-36%醋酸(71:28:1);
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 检测波长:250 nm;
- f) 灵敏度:0.16AUFS;
- g) 纸速:0.25 mm/min;
- h) 数据处理:外标法峰高定量。

6.4.3.1.2 超声波发生器。

6.4.3.2 试剂

6.4.3.2.1 所用试剂均用 0.45 μm 微孔滤膜滤过并脱气才能使用。

6.4.3.2.2 甲醇:分析纯。

6.4.3.2.3 水:重蒸馏。

6.4.3.2.4 甘草酸单铵盐:由中国药品生物制品检定所提供。

6.4.3.2.5 醋酸:分析纯。

6.4.3.2.6 对照品溶液的制备:精密称定甘草酸单铵盐 10 mg,置 50 mL 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,即得(每 1 mL 含 0.2 mg 甘草酸单铵盐,折合甘草酸为 0.195 9 mg)。

6.4.3.3 分析步骤

6.4.3.3.1 供试品溶液的制备:取供试品约 0.3 g,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加入流动相 45 mL,用超声波发生器提取(功率不少于 250 W,频率不少于 20 kHz)30 min,取出,加流动相至刻度,过滤,即得。

6.4.3.3.2 测定:在本实验色谱条件下,精密吸取供试品溶液和对照品溶液各 10 μL,依次分别注入高效液相色谱仪测定,按外标法-直接比较法以二者的峰高比计算甘草酸的含量。

6.4.3.4 分析结果计算

甘草中甘草酸含量按式(1)计算。

$$x = \frac{h_1/h_2 \times c \times V \times r \times 0.9797}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- x——甘草中甘草酸含量, %;
- h_1 ——供试品溶液测得的峰高;
- h_2 ——对照品溶液测得的峰高;
- c——对照品溶液浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V——供试品定容体积, 单位为毫升(mL);
- r——甘草酸单铵盐(对照品)纯度, %;

0.9797——将甘草酸单铵盐折算成甘草酸的转换系数;

m——称取供试品的量, 单位为毫克(mg)。

6.4.4 甘草中六六六、滴滴涕残留量测定试验

6.4.4.1 仪器

6.4.4.1.1 气相色谱仪色谱条件:

- a) 检测器: ECD;
- b) 气化室及检测器温度: 250℃;
- c) 色谱柱: $\phi 3 \text{ mm} \times 2 \text{ m}$ 玻璃柱 OV-17 10% (80 目~100 目) 硅藻土;
- d) 柱温: 200℃;
- e) 载气: 高纯氮气, 流速 65 mL/min;
- f) 进样量: 2 μL ;
- g) 纸速: 5 mm/min;
- h) 数据处理: 峰面积外标法定量。

6.4.4.1.2 超声波发生器。

6.4.4.1.3 全玻璃蒸馏装置。

6.4.4.2 试剂

6.4.4.2.1 石油醚

60℃~90℃, 分析纯, 重蒸馏。

6.4.4.2.2 丙酮

分析纯, 重蒸馏。

6.4.4.2.3 硫酸

优级纯。

6.4.4.2.4 无水硫酸钠

分析纯, 120℃干燥 4 h。

6.4.4.2.5 环己烷

分析纯, 重蒸馏。

6.4.4.2.6 八种有机氯农药对照品

由国家标准物质研究中心提供。

6.4.4.2.7 对照品溶液的制备

6.4.4.2.7.1 对照品贮备溶液的制备 取 α -666、 γ -666、 β -666、 δ -666、 p, p' -DDE、 o, p' -DDT、 p, p' -DDD 对照品各 10 mg, 取 p, p' -DDT 35 mg, 精密称定, 分别置 100 mL 量瓶中, 先用少量苯溶解, 再分别加环己烷稀释至刻度, 摇匀, 即得。

6.4.4.2.7.2 对照品稀释溶液的制备 分别精密量取 α -666、 γ -666 贮备液各 0.1 mL; 分别精密量取 β -666、 δ -666、 p, p' -DDE、 p, p' -DDT 贮备液各 0.5 mL; 分别精密量取 o, p' -DDT、 p, p' -DDD 贮备液各

1 mL,分别置 100 mL 量瓶中,分别用环己烷稀释至刻度,摇匀,即得。

6.4.4.2.7.3 对照品溶液的制备 分别精密量取上述八种对照品稀释溶液各 0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL,分别置 10 mL 量瓶中,分别用环己烷稀释至刻度,摇匀,即得。其浓度见表 3。

表 3 农药对照品溶液浓度

单位为微克每毫升

名 称	序 号					
	1	2	3	4	5	6
α -666	0.001	0.002	0.004	0.006	0.008	0.010
γ -666	0.001	0.002	0.004	0.006	0.008	0.010
β -666	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
δ -666	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
p, p' -DDE	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
o, p' -DDT	0.010	0.020	0.040	0.060	0.080	0.100
p, p' -DDD	0.010	0.020	0.040	0.060	0.080	0.100
p, p' -DDT	0.0175	0.035	0.070	0.105	0.140	0.175

6.4.4.3 分析步骤

6.4.4.3.1 供试品溶液的制备

6.4.4.3.1.1 提取 取供试品约 10 g,精密称定,置 50 mL 具塞锥形瓶中,分别提取三次,各加入 4:1 (体积比)石油醚:丙酮溶液 30 mL、10 mL、10 mL,静置 30 min,再超声提取 30 min,滤过。用 15 mL 石油醚、丙酮混合液分 3 次洗涤锥形瓶与残渣,合并滤液置分液漏斗中。

6.4.4.3.1.2 净化 在提取液中加入其体积 1/10 的硫酸,振荡并不断排气,静置分层后,弃去硫酸层。按此步骤纯化 3 次,使硫酸层无色,用 2% 硫酸钠水溶液洗去有机相中残存的硫酸,洗涤 3 次,每次 25 mL,振荡后静置分层,弃去下层水溶液,用滤纸吸净颈内外水分,将提取液经盛有 15 g 无水硫酸钠漏斗过滤,用石油醚、丙酮混合液 10 mL 洗涤盛有无水硫酸钠的漏斗 3 次,洗液并入滤液中,置 80°C 水浴蒸干,用环己烷溶解残渣,定容到 1 mL,即得。经上述处理后的样品,测定时出现干扰可再用硫酸处理。

6.4.4.3.2 空白溶液的制备

不加供试品,按 6.4.4.3.1“供试品溶液的制备”步骤制备空白溶液。

6.4.4.3.3 测定

在本实验色谱条件下,精密吸取各农药不同浓度的对照品溶液 2 μ L,分别注入气相色谱仪,记录色谱图,并以各农药的浓度对其峰面积绘制标准曲线。

精密吸取供试品溶液和空白溶液各 2 μ L,分别注入气相色谱仪,记录色谱图,并根据供试品溶液和空白溶液中农药的峰面积,从标准曲线上求出其浓度 c 和 c_0 ,再根据供试品的取用量,计算农药的残留量。

6.4.4.4 分析结果计算

甘草中六六六、滴滴涕残留量按式(2)计算。

$$x = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

x ——甘草中六六六、滴滴涕残留量,单位为微克每克(μ g/g);

c ——供试品溶液浓度,单位为微克每毫升(μ g/mL);

c_0 ——空白溶液浓度,单位为微克每毫升(μ g/mL);

V ——供试品定容体积,单位为毫升(mL);

m ——称取供试品的量,单位为克(g)。

6.4.5 甘草中铅的测定试验

6.4.5.1 仪器

6.4.5.1.1 玻璃仪器:所用玻璃仪器均以10%硝酸溶液浸泡24 h以上,用蒸馏水反复清洗,最后用去离子水冲洗晾干后方可使用。

6.4.5.1.2 原子吸收分光光度计(扣背景装置,铅空心阴极灯,石墨炉原子化器)与仪器条件:

- a) 波长:283.3 nm;
- b) 狭缝:1.3 nm;
- c) 灯电流:7.5 mA 或按制造厂规定;
- d) 进样量:10 μ L;
- e) 干燥温度:60 $^{\circ}$ C~120 $^{\circ}$ C, 20 s,120 $^{\circ}$ C保持20 s;
- f) 灰化温度:150 $^{\circ}$ C~400 $^{\circ}$ C, 20 s,400 $^{\circ}$ C保持10 s;
- g) 原子化温度:2 000 $^{\circ}$ C 7 s;
- h) 清除温度:2 600 $^{\circ}$ C 3 s。

6.4.5.1.3 消化装置。

6.4.5.2 试剂

6.4.5.2.1 硝酸:优级纯。

6.4.5.2.2 20%硝酸溶液:取硝酸20 mL,加去离子水使成100 mL,摇匀,即得。

6.4.5.2.3 6 mol/L硝酸溶液:取硝酸378 mL,加去离子水使成1 000 mL,摇匀,即得。

6.4.5.2.4 硝酸镁:分析纯。

6.4.5.2.5 无水乙醇:分析纯。

6.4.5.2.6 15%硝酸镁的乙醇溶液:精密称取硝酸镁15 g,置100 mL量瓶中,加50%乙醇至刻度,摇匀,即得。

6.4.5.2.7 标准铅贮备液:由国家标准物质研究中心提供。

6.4.5.2.8 标准铅溶液的制备:精密量取标准铅贮备液适量,置量瓶中,加去离子水制成每1 mL含1.0 μ g的铅溶液,作为标准铅稀释溶液。

精密量取标准铅稀释溶液0.0、0.5、1.0、1.5 mL,分别置25 mL量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,即得1 mL含0.0、0.02、0.04、0.06 μ g的铅溶液,作为标准铅溶液。

6.4.5.3 分析步骤

6.4.5.3.1 供试品溶液的制备

取供试品约4 g,精密称定,置石英坩埚内,加入10 mL 15%硝酸镁的乙醇溶液,使供试品全部润湿,放置30 min,置80 $^{\circ}$ C烘干,移置电热板上缓缓加热(注意:避免燃烧),使之完全炭化,置高温炉内,在300 $^{\circ}$ C维持2 h,升温至450 $^{\circ}$ C,灰化4 h,取出,冷至室温。滴加20%硝酸使灰分全部溶解,再置电热板上低温蒸干(注意:防止飞溅),再移入高温炉灰化2 h,若仍未完全灰化,可再加20%的硝酸的灰化过程,直至完全灰化。取出,冷至室温,加入6 mol/L硝酸5 mL,置电热板上低温(约100 $^{\circ}$ C)加热,使灰分完全溶解,冷却后移入10 mL量瓶中,用少量去离子水洗涤坩埚3次,洗液并入量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,静置,取上清液作石墨炉分析(静置时,溶液底部有硅酸盐不溶物沉淀,不影响分析)。

6.4.5.3.2 空白溶液的制备

不加供试品,按6.4.5.3.1“供试品溶液的制备”方法制备空白溶液。

6.4.5.3.3 测定

在本试验仪器条件下,精密吸取标准铅系列溶液、供试品溶液和空白溶液各10 μ L,依次分别注入石墨管中,按原子吸收分光光度法测定各自的吸光度。以标准铅系列溶液浓度(μ g/mL)对应其吸光度

绘制标准曲线,并根据所测供试品溶液与空白溶液的吸光度从标准曲线上求出其铅的浓度 c 与 c_0 ,再根据供试品取用量计算铅含量。

6.4.5.3.4 分析结果计算

甘草中铅含量按式(3)计算:

$$x = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- x ——甘草中铅的含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
- c ——供试品溶液中铅的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_0 ——空白溶液中铅的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——供试品定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——称取供试品的量,单位为克(g)。

6.4.6 甘草中镉的测定试验

6.4.6.1 仪器

6.4.6.1.1 玻璃仪器:所用玻璃仪器均以 10%硝酸溶液浸泡 24 h 以上,用蒸馏水反复清洗,最后用去离子水冲洗晾干后,方可使用。

6.4.6.1.2 原子吸收分光光度计(扣背影装置,镉空心阴极灯,石墨炉原子化器)与仪器条件:

- a) 波长:228.8 nm;
- b) 狭缝:1.3 nm;
- c) 灯电流:7.5 mA,或按制造厂规定;
- d) 进样量:10 μL ;
- e) 干燥温度:60 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 25 s,120 $^{\circ}\text{C}$ 保持 15 s;
- f) 灰化温度:150 $^{\circ}\text{C}$ ~300 $^{\circ}\text{C}$ 20 s,400 $^{\circ}\text{C}$ 保持 10 s;
- g) 原子化温度:1 800 $^{\circ}\text{C}$ 7 s;
- h) 清除温度:2 200 $^{\circ}\text{C}$ 3 s。

6.4.6.1.3 消化装置。

6.4.6.2 试剂

- 6.4.6.2.1 硝酸:优级纯。
- 6.4.6.2.2 20%硝酸溶液:取硝酸 20 mL,加去离子水使成 100 mL,摇匀,即得。
- 6.4.6.2.3 6 mol/L 硝酸溶液:取硝酸 378 mL,加去离子水使成 1 000 mL,摇匀,即得。
- 6.4.6.2.4 乙醇:分析纯。
- 6.4.6.2.5 硝酸镁:分析纯。
- 6.4.6.2.6 15%硝酸镁的乙醇溶液:精密称取硝酸镁 15 g,加 50%乙醇使成 100 mL,摇匀,即得。
- 6.4.6.2.7 标准镉贮备液:由国家标准物质中心提供。
- 6.4.6.2.8 标准镉溶液的制备:精密量取标准镉贮备液适量,置量瓶中,加去离子水制成每 1 mL 含 0.025 μg 的镉溶液,作为标准镉稀释溶液。

精密量取标准镉稀释溶液 0.1、2.5、5.00 mL,分别置 25 mL 量瓶中,加硝酸 0.5 mL,用去离子水稀释至刻度,摇匀,即得每 1 mL 含 0.001 25、0.002 50、0.005 00 μg 的镉溶液,作为标准镉溶液。

6.4.6.3 分析步骤

6.4.6.3.1 供试品溶液的制备

按甘草中铅的测定试验方法 6.4.5.3.1“供试品溶液的制备”方法进行。

6.4.6.3.2 空白溶液的制备

不加供试品,按 6.4.6.3.1“供试品溶液的制备”方法制备空白溶液。

6.4.6.3.3 测定

在本试验仪器条件下,精密吸取标准镉系列溶液,供试品溶液和空白溶液各 10 μL 依次分别注入石墨管中,按原子吸收分光光度法测定各自的吸光度,以标准镉溶液中镉的系列浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)对应其吸光度绘制标准曲线,并根据所测供试品溶液与空白溶液的吸光度从标准曲线上求出其镉的浓度 c 和 c_0 ,再根据供试品的取用量计算镉的含量。

6.4.6.4 分析结果计算:

甘草中镉含量按式(4)计算:

$$x = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- x ——甘草中镉的含量,单位为微克每克($\mu\text{g}/\text{g}$);
- c ——供试品溶液中镉的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- c_0 ——空白溶液中镉的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V ——供试品定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——称取供试品的量,单位为克(g)。

6.4.7 甘草中砷的测定试验

6.4.7.1 仪器

6.4.7.1.1 原子吸收分光光度计(扣背景装置,砷空心阴极灯、石墨炉原子化器)与仪器条件:

- a) 波长:193.7 nm;
- b) 狭缝:1.3 nm;
- c) 灯电流:15 mA,或按制造厂规定;
- d) 进样量:10 μL ;
- e) 干燥温度:60 $^{\circ}\text{C}$ ~120 $^{\circ}\text{C}$ 20(s),120 $^{\circ}\text{C}$ 保持 20 s;
- f) 灰化温度:150 $^{\circ}\text{C}$ ~1 000 $^{\circ}\text{C}$ 20(s),1 100 $^{\circ}\text{C}$ 保持 15 s;
- g) 原子化温度:2 700 $^{\circ}\text{C}$ 7 s;
- h) 清除温度:2 900 $^{\circ}\text{C}$ 3 s。

6.4.7.1.2 消化装置。

6.4.7.2 试剂

6.4.7.2.1 硝酸-高氯酸:优级纯。

6.4.7.2.2 硝酸镍 $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$:分析纯。

6.4.7.2.3 硝酸高氯酸混合液:4:1(体积比)。

6.4.7.2.4 硝酸镍溶液的制备:精密称取硝酸镍 4.96 g,置 1 000 mL 量瓶中,用去离子水溶解并稀释至刻度,摇匀,即得每 1 mL 含 1 mg 的镍溶液。

6.4.7.2.5 标准砷贮备液:由国家标准物质研究中心提供。

6.4.7.2.6 标准砷溶液的制备:精密量取标准砷贮备液适量,置量瓶中,加去离子水制成每 1 mL 含 0.4 μg 的砷溶液,作为标准砷稀释溶液。

精密量取标准砷稀释溶液 0、0.25、0.75、1.25 mL,分别置 10 mL 量瓶中,各加入硝酸镍溶液 5 mL 及硝酸 0.25 mL,用去离子水稀释至刻度,摇匀,即得每 1 mL 含 0、0.01、0.03、0.05 μg 的砷溶液,作为标准砷溶液。

6.4.7.3 分析步骤

6.4.7.3.1 供试品溶液的制备

取供试品约 3 g,精密称定,置 100 mL 具塞锥形瓶中,加入硝酸-高氯酸混合液 20 mL,放置过夜。去塞,瓶口插玻璃小漏斗,置电热板上加热(约 100 $^{\circ}\text{C}$)1~1.5 h,升温至约 150 $^{\circ}\text{C}$ 继续加热,直至大量棕

色气体消失,取下,冷却至室温,补加硝酸 10 mL,摇匀,放回电热板上继续加热至棕色气体消失,升高温度(约 250℃),继续加热至产生大量白色烟雾为止,取下,冷却至室温。用去离子水冲洗小漏斗及锥形瓶颈部,再放回电热板上加热(约 150℃)10 min,取下,冷却至室温,转移至 20 mL 量瓶中,用去离子水洗涤并加入硝酸镍溶液 10 mL,再用去离子水稀释至刻度,摇匀,即得。

6.4.7.3.2 空白溶液的制备

不加供试品按 6.4.7.3.1“供试品溶液的制备”方法制备空白溶液。

6.4.7.3.3 测定

在本试验仪器条件下,精密吸取标准砷系列溶液,供试品溶液和空白溶液各 10 μL,依次分别注入石墨炉中,按原子吸收分光光度法测定各自的吸光度,以标准砷系列溶液中砷的浓度(μg/mL)对应其吸光度绘制标准曲线,并根据所测供试品溶液与空白溶液的吸光度从标准曲线上求出砷的浓度 c 和 c_0 ,再根据供试品的取用量计算砷的含量。

6.4.7.4 分析结果计算

甘草中砷含量按式(5)计算:

$$x = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- x ——甘草中砷的含量,单位为微克每克(μg/g);
- c ——供试品溶液中砷的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c_0 ——空白溶液中砷的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V ——供试品定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——称取供试品的量,单位为克(g)。

6.4.8 甘草中汞的测定试验

6.4.8.1 仪器

6.4.8.1.1 玻璃仪器:所用玻璃仪器均以 10%硝酸浸泡过夜,用蒸馏水反复清洗,最后用去离子水冲洗晾干后,方可使用。

6.4.8.1.2 消化装置。

6.4.8.1.3 流动注射氢化物发生器:WHG-102A₂型或类似的氢化物装置。

6.4.8.1.4 测汞石英池。

6.4.8.1.5 原子吸收分光光度计与仪器条件:

- a) 波长:253.7 nm;
- b) 狭缝:1.0 nm;
- c) 载气流速:高纯氮气 100 mL/min;
- d) 积分时间:20 s;
- e) 载液:1%盐酸;
- f) 进样量:2 mL;
- g) 测定方式:峰高。

6.4.8.2 试剂

6.4.8.2.1 硫酸、硝酸、盐酸:优级纯。

6.4.8.2.2 五氧化二砷、硼氢化钾、高锰酸钾、盐酸羟胺:分析纯。

6.4.8.2.3 0.1 mol/L 硫酸溶液:取硫酸 6.0 mL,缓缓注入适量去离子水中,冷却至室温,加去离子水稀释至 1 000 mL,摇匀,即得。

6.4.8.2.4 1%盐酸溶液:取盐酸 1 mL,加去离子水使成 100 mL,摇匀,即得。

6.4.8.2.5 5%高锰酸钾溶液:称取高锰酸钾 5 g,加去离子水使溶解成 100 mL,即得。

6.4.8.2.6 0.5%硼氢化钾溶液：称取硼氢化钾 0.5 g 及氢氧化钠 0.5 g，加去离子水使溶解成 100 mL，摇匀，即得。

6.4.8.2.7 20%盐酸羟胺溶液：称取盐酸羟胺 20 g，加去离子水使溶解成 100 mL，摇匀，即得。

6.4.8.2.8 标准汞贮备液：由国家标准物质研究中心提供。

6.4.8.2.9 标准汞溶液的制备：精密量取标准汞贮备液适量，置量瓶中，加 0.1 mol/L 硫酸溶液制成每 1 mL 含 1 μg 的汞溶液，作为标准汞稀释溶液。

精密量取标准汞稀释溶液 0.0、0.25、0.50、0.75、1.00 mL，分别置 25 mL 量瓶中，加 0.1 mol/L 硫酸溶液 10 mL，加入 5% 高锰酸钾溶液 5 mL，保持高锰酸钾紫色在 20 min 不褪色，然后滴加 20% 盐酸羟胺溶液至紫色消失，加入硝酸 0.5 mL，用去离子水稀释至刻度，摇匀，即得每 1 mL 含 0.0、0.01、0.02、0.03、0.04 μg 的汞溶液，作为标准汞溶液。

6.4.8.3 分析步骤

6.4.8.3.1 供试品溶液的制备

取供试品约 3 g，精密称定，置 100 mL 具塞锥形瓶中，加入五氧化二砷 50 mg、硝酸 20 mL，加塞，放置过夜。次日，加入硫酸 5 mL，在锥形瓶口上插玻璃小漏斗，置电热板上加热（约 100℃）消化 1 h，升温至约 150℃ 直至棕色气体消失，此时溶液呈淡蓝色，清亮（若溶液发黑，应立即取下锥形瓶，冷却后补加 5 mL 硝酸，继续消化直到溶液清亮为止），取下，冷却至室温，用少量去离子水冲洗瓶口及漏斗，继续加热数分钟，取下冷却，加入 5% 高锰酸钾溶液 5 mL，摇匀，室温放置 2 h~3 h，滴加 20% 盐酸羟胺溶液至紫色消失，移入 25 mL 量瓶中，加入硝酸 0.5 mL，用去离子水稀释至刻度，摇匀，即得。

6.4.8.3.2 空白溶液的制备

不加供试品，按 6.4.8.3.1“供试品溶液的制备”方法制备空白溶液。

6.4.8.3.3 测定

在本仪器条件下，精密量取系列标准汞溶液，供试品溶液和空白溶液各 2 mL，依次分别置氢化物发生器中，再依次加入 1% 盐酸和 0.5% 硼氢化钾溶液各 2 mL，按冷原子吸收分光光度法，在 253.7 nm 共振波长下测定吸光度，以汞标准溶液的浓度对应其吸光度绘制标准曲线，再根据所测供试品溶液与空白溶液的吸光度从标准曲线上求出汞的浓度 c 和 c_0 ，再根据供试品的取用量，计算汞的含量。

6.4.8.4 分析结果计算

甘草中汞含量按式(6)计算：

$$x = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

x ——甘草中汞的含量，单位为微克每克(μg/g)；

c ——供试品溶液中汞的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

c_0 ——空白溶液中汞的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V ——供试品定容体积，单位为毫升(mL)；

m ——称取供试品的量，单位为克(g)。

参 考 文 献

- [1] 七十六种药材商品规格标准 国家医药管理局、中华人民共和国卫生部(国药联材字(84)第72号)文“附件”。
-