

小儿至宝丸（增修订部分）

【检查】价态砷、价态汞 照汞和砷元素形态及其价态测定法（通则 2322）测定。

对照品贮备溶液的制备 分别精密量取亚砷酸标准溶液、砷酸标准溶液适量，加水制成每 1ml 各含 2.0 μg（均以砷计）的混合溶液，作为价态砷对照品贮备溶液；精密量取氯化汞标准溶液适量，加水制成每 1ml 含汞 100ng 的溶液，作为价态汞对照品贮备溶液。

标准曲线溶液的制备 精密吸取价态砷对照品贮备溶液适量，加 0.02 mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液分别制成每 1ml 含 2 种价态砷各 5ng、20ng、50ng、100ng、200ng、500ng（均以砷计）的系列溶液，作为价态砷标准曲线溶液；精密吸取价态汞对照品贮备溶液适量，加 8% 甲醇溶液分别制成每 1ml 含汞 0.5ng、1ng、5ng、10ng、20ng、50ng 的系列溶液，作为价态汞标准曲线溶液。

供试品溶液的制备 精密吸取[含量测定]可溶性砷、可溶性汞项下备用溶液 1ml，至 10ml 塑料量瓶中，加 0.02 mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液稀释至刻度，摇匀，作为价态砷测定溶液；再取[含量测定]可溶性砷、可溶性汞项下备用溶液，作为价态汞测定溶液。同法分别制备试剂空白溶液。

测定法 分别精密吸取标准曲线溶液、供试品溶液与试剂空白溶液各 20 μl，注入液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用仪测定。以各标准曲线溶液测得不同价态砷、价态汞的峰面积为纵坐标，相应浓度为横坐标，绘制标准曲线，计算供试品中 2 种价态砷含量总和、汞含量，即得。

本品每丸含价态砷总量以砷（As）计，不得过 1.0mg；含价态汞以汞（Hg）计，不得过 2.0 μg。

【含量测定】 雄黄、朱砂

对照品贮备溶液的制备 分别精密量取砷单元素标准溶液、汞单元素标准溶液适量，加水制成每 1ml 含砷、汞各 100 μg 的溶液，即得。

标准曲线溶液的制备 分别精密量取砷对照品贮备溶液、汞对照品贮备溶液适量，加 10% 混合酸[硝酸-盐酸（4：1）]溶液分别制成每 1ml 含砷、汞 0、1 μg、2 μg、5 μg、10 μg、20 μg、50 μg 的溶液，作为砷标准曲线溶液和作为汞标准曲线溶液。

供试品溶液的制备 取重量差异项下本品适量，剪碎并混匀，取约 0.2g，精密称定，置耐压耐高温微波消解罐中，加入硝酸 4ml、盐酸 1ml，按铅、镉、砷、汞、铜测定法（通则 2321）中电感耦合等离子体质谱法项下制备，精密量取上述制备的溶液 10ml，置 20ml 塑料量瓶中，加 10% 混合酸[硝酸-盐酸（4：1）]溶液稀释至刻度，摇匀，即得。同法制备试剂空白溶液。

测定法 精密吸取标准曲线溶液、供试品溶液和试剂空白溶液，照原子吸收分光光度法（通则 0406 火焰原子化器，第一法），在 193.7nm 波长处测定砷，在 253.7nm 波长处测定汞，计算，即得。汞含量结果乘以 1.1599 即为硫化汞（HgS）的量。

本品每丸含朱砂以硫化汞（HgS）计，应为 3.5~6.2mg，含雄黄以砷（As）计，应为 11.4~21.7mg。

可溶性砷、可溶性汞

标准曲线溶液的制备 分别精密量取[含量测定]雄黄、朱砂项下砷对照品贮备溶液、汞对照品贮备溶液适量，置塑料量瓶中，加 10% 混合酸[硝酸-盐酸（4：1）]溶液分别制成每 1ml 含砷 5ng、10ng、20ng、50ng、100ng、200ng 的溶液，作为砷标准曲线溶液；每 1ml 含汞

0.5ng、1ng、2ng、4ng、8ng、16ng 的溶液，作为汞标准曲线溶液。

供试品溶液的制备 取重量差异项下本品适量，剪碎并混匀，取约 4.0g，精密称定，置 250ml 塑料量瓶中，加人工肠液定容至刻度，摇匀，密塞，称定重量，置 37℃ 水浴中超声处理（功率 300W，频率 45kHz）2 小时（每隔 30 分钟充分摇匀一次），取出，放冷，再称定重量，用人工肠液补足减失的重量，摇匀立即取适量至 50ml 塑料离心管中，静置 20~24 小时，用洗耳球轻轻吹开上层表面溶液，吸取中层溶液约 15ml（吸取时应避免带入颗粒），用微孔滤膜（10 μm）滤过，精密量取续滤液 5ml，置 10ml 塑料量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得，精密量取 1ml（剩余溶液备用），置顶空进样瓶中，加硝酸 2.0ml、盐酸 0.5ml，加盖密封（不可漏气），在 80~90℃ 水浴水解 1 小时，置 25ml 塑料量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。同法制备试剂空白溶液。

测定法 精密吸取标准曲线溶液、供试品溶液和试剂空白溶液，照铅、镉、砷、汞、铜测定法（通则 2321 电感耦合等离子体质谱法）测定，计算，即得。

本品每丸含可溶性砷以砷（As）计，不得少于 150 μg；含可溶性汞以汞（Hg）计，不得少于 4.0 μg。