

附件：

《中国药典》中药质量原则研究制定技术规定

国家药典委员会

为编制好《中国药典》等国家药物原则，体现中药质量原则的制定符合中药的特点，保证中药质量原则所设定的措施与指标基本能控制中药质量，规范原则起草工作，特制定本技术规定。本技术规定由总则和各论二部分构成，各论又分为中药材及饮片、植物油脂和提取物、中药成方制剂三部分。

总

附件：

《中国药典》中药质量原则研究制定技术规定

国家药典委员会

为编制好《中国药典》等国家药物原则，体现中药质量原则的制定符合中药的特点，保证中药质量原则所设定的措施与指标基本能控制中药质量，规范原则起草工作，特制定本技术规定。本技术规定由总则和各论二部分构成，各论又分为中药材及饮片、植物油脂和提取物、中药成方制剂三部分。

总

附件：

《中国药典》中药质量原则研究制定技术规定

国家药典委员会

为编制好《中国药典》等国家药物原则，体现中药质量原则的制定符合中药的特点，保证中药质量原则所设定的措施与指标基本能控制中药质量，规范原则起草工作，特制定本技术规定。本技术规定由总则和各论二部分构成，各论又分为中药材及饮片、植物油脂和提取物、中药成方制剂三部分。

总

则

一、基本原则

1、坚持提高药物质量、维护公众健康的原则

药物原则应贯彻科学监管理念，支持国家药物监督管剪发展的需要，保障药物质量与用药安全，维护人民健康，增进我国医药事业的健康发展。

2、坚持继承、发展、创新的原则

坚持继承与发展相结合，鼓励自主创新，加大自主知识产权的原则研究力度，增进科学研究与原则化工作的有效结合，提高我国药物原则中自主创新技术含量，使我国医药领域的自主创新技术通过原则迅速转化为生产力，提高我国药物的国际竞争力。

3、坚持科学、实用、规范的原则

制定、修订药物原则时，应充足考虑来源、生产、流通及使用等各个环节影响药物质量的原因，设置科学的检测项目、建立可靠的检测措施、规定合理的判断原则；在保证能精确控制质量的前提下，应倡导简朴实用；药物原则的体例格式、文字术语、计量单位、数字符号以及通用检测措施等应统一规范。

4、坚持质量可控性原则

国家药物原则合用于对合法生产的药物质量进行控制。所建立的检测措施应专属、精确、精密。

5、坚持原则先进性原则

《中国药典》所载药物的质量原则，应充足反应现阶段国内外药物质量控制的先进水平，对于多企业生产的同一品种，其原则的制定应在科学合理的基础上坚持就高不就低的原则先进性原则。

6、坚持原则发展的国际化原则

重视新技术和新措施的应用，积极采用国际药物原则的先进措施，加紧与国际接轨的步伐。

增进我国药物原则尤其是中药原则的国际化。

二、试验室条件及人员的规定

承担《中国药典》等国家药物原则起草任务的单位应具有通过计量认证并能满足起草任务规定的试验室，具有对应技术人员，具有中药研究、检查常用仪器和设备，能保证试验用试剂、试药及对照物质符合规定。

承担中药质量原则研究的人员应具有有关专业中级以上技术职称、五年以上中药检查、研究工作经历，并有一定的原则研究和起草经验。

三、供起草用样品及对照物质的规定

供研究用样品应具有代表性，覆盖面要广，一般至少应搜集 10 批以上样品供研究用。样品量除满足起草研究、留样观测外，还应有不少于 3 倍检查量的样品供复核用。样品保留应符合各品种项下的贮藏规定。

质量原则制定应使用国家法定部门承认的对照物质（包括对照品、对照提取物和对照药材）。

若使用的对照物质是自行研制的，应按照有关的规定申报对应的鉴定研究资料和对照物质。

四、编写规定

原则正文应按“《中国药典》中药质量原则正文各论编写细则”的规定编写；原则起草阐明应按“《中国药典》中药质量原则起草阐明编写细则”

的规定编写。

试验记录书写应真实、完整、清晰，保持原始性并具有可追溯性，应按规定建档永久保留。

五、检测措施和检测指标的制定

中药质量原则的制定要体现中药的特点，其检测措施和检测指标的制定要脱离化学药物单一成分定性定量的模式，要体现复杂体系整体控制的设计思想，以建立符合中医药特点的质量原则体系，逐渐由单一指标性成分定性定量向活性、有效成分及生物测定的综合检测过渡，向多成分、组分测定及指纹或特性图谱整体质量控制模式转化。

要提高中药检测措施的专属性，建立科学合理的控制指标。

要重视中药安全性检测措施和指标的建立和完善，加强对重金属及有害元素、残留农药、残留溶剂、残留二氧化硫、微生物、真菌毒素等外源污染物的检测。

试验中应重视绿色环境保护规定，尽量采用毒害小、污染少的试剂、试药，防止使用苯等毒性大的溶剂；并尽量采用《中国药典》附录中已收载的试剂与试液

(一)鉴别试验

鉴别试验应符合重现性、专属性和耐用性的验证规定，根据药物的性质可分别采用显微鉴别、理化鉴别与色谱鉴别等措施，制定的色谱鉴别措施应能反应当药的整体特性。

1、显微鉴别

系指运用显微镜对药材(饮片)切片、粉末、解离组织或表面以及具有药材粉末的制剂进行观测，并根据组织、细胞或内含物等特性进行对应药材鉴别的一种措施。显微鉴别应按照一定的收录原则、书写次序和文法进行规范描述，以使原则简洁明了，可操作性强。

应选择轻易观测、具有鉴别意义的专属特性列入原则。凡有下列状况的药材，应尽量规定显微鉴别：药材组织构造特殊或有明显特性，可以区别外形相似或破碎不易识别的类似品、伪

品；或某些常以粉末入药、而又无专属性理化鉴别措施的药材，尤其是毒性或珍贵药材。

成方制剂显微鉴别，原则上应对处方中所有以粉末投料的药材逐一进行研究，选择特性性强、与处方中其他药味无交叉干扰的显微特性作为鉴别根据，所记载的特性应明显、易于检出。

2、理化鉴别

理化鉴别包括一般理化鉴别，荧光鉴别及光谱鉴别等措施，中药成分复杂，应根据所含成分的化学性质选择合适的专属性措施。对于不易到达专属性规定的一般理化鉴别、荧光鉴别及光谱鉴别，一般不适宜采用。

3、薄层色谱鉴别

薄层色谱可将中药内含成分通过度离到达直观、可视化，具有承载信息大、专属性强、迅速、经济、操作简便等长处，可作为中药鉴别的首选措施。

(1) 在建立措施时，尽量采用以对照品和对照药材或对照提取物同步进行对照。当对照品不易获得时，采用以对照药材为对照；某些鉴别被测物为单一成分的，可以只采用对照品进行对照；不适宜采用 Rf 值表述色谱行为。

(2) 供试品溶液的制备应尽量除去干扰色谱的杂质，同步措施要尽量简便，应视被测物的特性来选择合适的溶剂和措施进行提取、分离。

(3)

为了使图谱清晰，斑点明显，分离度与重现性符合规定，应根据被测物的特性选择合适的固定相、展开剂及显色措施等色谱条件。确定供试品取样量、提取和纯化措施、点样量等条件；选择合适的对照物质，确定对照物质用量、浓度、溶剂、点样量等。（4）由于试验时的温度、湿度常会影响薄层色谱成果，因此，建立措施时应对上述原因进行考察。如有必要，应在原则正文中注明温、湿度规定。

（5）除需要改性，一般应采用预制的商品薄层板。不一样品牌的薄层板或自制薄层板的薄层色谱成果有一定的差异，因此应对其进行考察选择合适的薄层板。

4、液相色谱鉴别

（1）应根据被测物的性质选用合适的色谱柱、流动相（注意流动相的 pH 值与色谱柱的 pH 值范围相适应，尽量防止使用缓冲溶液）检测器等，进行系统合用性试验，考察分离度、反复性、理论板数等参数，选择最佳色谱条件。

（2）确定供试品取样量，提取和纯化措施，稀释度、进样量；对照物质用量、浓度、溶剂、进样量等。

5、气相色谱鉴别

（1）应根据被测物的性质，选用合适的色谱柱、填料、固定相、涂布浓度、检测器等进行系统适应性试验，确定进样口温度、柱温、检测器温度、考察色谱分离的效果、分离度等参数。

（2）确定供试品取样量，提取和纯化措施，稀释度、进样量；对照物质用量、浓度、溶剂、进样量等。

6、DNA 分子标识鉴别 DNA 分子标识鉴别是指通过比较药材间 DNA 分子遗传多样性差异来鉴别药材基源、确定学名的措施。合用于采用性状、显微、理化以及色谱鉴别等措施难以

鉴定的样品的鉴别，如同属多基源物种、动物药等的鉴别。

(1) DNA 提取、纯化措施的考察 通过多种措施的优化，建立切实可行的 DNA 提取、纯化措施，确定最佳条件，获取高质量的药材总 DNA，并提供研究数据。

(2) DNA 分子标识措施确实定 通过多种措施对多样品的比较，确定适于目的物鉴别的分子标识措施，优化多种条件、参数，并提供研究数据。

(3) PCR 反应条件确实定

通过试验，优化 PCR 反应条件、参数，并提供研究数据。

(4) 电泳检查：通过试验，优化琼脂糖凝胶电泳条件、参数，并提供研究数据。

(5) 试验过程要防止外源 DAN 的污染。

7、中药指纹图谱技术

中药指纹图谱建立的目的是通过对所得到的可以体现中药整体特性的图谱识别，提供一种可以比较全面的控制中药质量的措施，从化学物质基础的角度保证中药制剂的稳定和可靠。其详细试验是采用指纹图谱模式，将中药内在物质特性转化为常规数据信息，用于中药鉴别和质量评价。

中药指纹图谱建立的内容包括：中药指纹图谱分析措施的建立、指纹图谱措施认证、措施验证、数据处理和分析。中药指纹图谱按照测试样品来源可以分为中药材、饮片、提取物或中间体、成方制剂指纹图谱其中中药材、饮片及中间体指纹图谱重要是用于生产的内部控制、质量调整以及质量有关性考察。中药指纹图谱按照获取方式可以分为色谱、光谱及其他分析手段，其中色谱是中药指纹图谱建立的首选和重要方式。

(1) 中药指纹图谱分析措施的建立

中药指纹图谱应满足专属性、重现性和可操作性。其首要目的是能体现中药的整体特性。在满足表征中药化学成分群整体性质的前提下，规定有很好的重现性，应根据重现性规定选用合适的分析措施来获取指纹图谱。指纹图谱分析措施的可操作性系指针对不一样用途，选用不一样措施来到达不一样的规定。

中药指纹图谱的一般获取规程如下：

① 供试品溶液的制备

在中药指纹图谱测试中，制备供试品的基本原则是代表性和完整性。供试品的制备是整个分

析环节中关键的起始部分，供试品制备的好坏直接影响了整体分析成果的优劣及可信程度。

因此，供试品的制备必须保证可以充分地反应出样本的基本特性，同步也必须保证待测样品所含特性的完整性。重要操作过程及数据应详细记录。

供试品溶液的制备需按照详细的分析对象，在对样品基本特性进行理解的情况下，采用规范的处理方式进行供试品溶液制备。操作过程应按照定量测定的规定，保证样品物质信息不缺失、不转化。对于化学成分类别相差较大的样品，可根据类别成分的性质，按照分析规定，对样品分别进行预处理，用于制备 2 张以上的指纹图谱。重要环节及数据应详细记录。

②参照物

参照物的选择 指纹图谱的参照物质一般选用轻易获取的一种或一种以上制剂中的重要活性成分或指标成分，重要用于考察指纹图谱的稳定程度和重现性，并有助于指纹图谱的识别。

在与临床药效未能获得确切关联的情形下，参照物（复方制剂剂应首选君药的活性成分或指标成分）起着识别和评价指纹图谱特性的指导作用，不等同于含量测定的对照品。参照物应阐明名称、来源和纯度。如无合适参照物也可选指纹图谱中的稳定的指纹峰做为参照峰，阐明其响应行为和有关数据，并应尽量阐明其化学构造及化学名称。

③

指纹图谱获取试验

指纹图谱获取首选色谱措施，重要有液相色谱、薄层色谱、气相色谱及其他色谱技术。光谱措施和其他分析措施在指纹图谱获取中可作为迅速鉴别和辅助鉴别使用，在确定其与常规色谱措施的有关性后来可以考虑替代使用，但需谨慎。须注意多种技术的特点和局限性，结合实际选用。选用的原则是必须具有良好的专属性、重现性和可操作性。

指纹图谱试验条件应能满足指纹图谱的需要，不适宜简朴套用含量测定用的试验条件，并根据指纹图谱的特点进行试验条件的优化选择。

试验措施和试验条件选择应根据供试品的特点和需要设计合适的试验方案，通过比较试验，从中选用相对简朴易行的措施和条件，获取足以代表品种特性的指纹图谱，以满足指纹图谱的专属性、重现性和可操作性的规定。措施和条件须通过措施学验证。

④指纹图谱的建立和辨识

指纹图谱建立和辨识的重要目的是确定获取的指纹图谱中具有指纹意义的特性峰，并能体现其整体性。

如色谱指纹图谱的试验条件确立后，应将获取的所有样品的指纹图谱逐一研究比较。一张对照用指纹图谱，尤其是辨别率较高的图谱，必须制备有足够代表性的样品的图谱，找出成品色谱具有指纹意义的各个峰，给以编号，再将药材、中间体和成品之间的图谱比较，考察互相之间的有关性。

指纹图谱的辨识应注意指纹特性的整体性。辨识时应从整体的角度综合考虑，注意各有

图谱（共有模式）之间的相似性，即“相似度”进行体现。

（2）指纹图谱措施认证

①需要证明获取的指纹图谱可以表征该中药产品的化学构成。

②

各原药材的化学构成特性应当在中药产品的谱图中得到体现。

(3) 指纹图谱措施验证

指纹图谱试验措施验证的目的是为了考察和证明采用的指纹图谱测定措施具有可靠性和可反复性,符合指纹图谱测定的规定。中药指纹图谱测定是一种复杂的分析过程,影响原因多,条件繁杂,合理的试验措施有效性评价是对测定整体过程和分析系统的综合验证,需要在制定指纹图谱措施时充分考虑。

中药指纹图谱试验措施验证所包括的项目有:专属性、精密度(反复性和重现性)及耐用性等。

措施验证的详细内容如下。

①专属性(Specificity):

中药指纹图谱措施专属性是指指纹图谱的测定措施对中药样品特性的分析鉴定能力。中药供试品中物质一般分为:有效成分或活性成分、指标成分、辅助成分、杂质和基质等。在多数为未知成分的状况下,成分的标定、分离程度的评价和化学成分的全显示等都不能得到很好的满足,因此指纹图谱措施的专属性应从入药的有效部位所包括的成分群入手,根据对应的样品理化性质,确定一定的分离分析措施和检测手段。如色谱指纹图谱中,一般认为在分离峰越多越好,大多数成分均能有响应的状况下,用经典的色谱图来证明其专属性,并尽量在图上恰当地标出可确定的成分。详细措施专属性可考虑采用峰纯度、总峰响应值、容量因子分布、最难分离物质对的分离状况、总分离效能指标等为考察参数。同步需要评价有关样品(药材、中间品和成品)间的有关性,并尽量显示出样品中特性响应,保证其有较大响应,从而减少措施的波动带来鉴别误差。此外在指纹图谱测定中,假如采用一种措施对中药分析物不具有完全鉴定的能力,可采用两种或两种以上的措施以到达鉴定水平。

②

精密度(Precision):

精密度是指规定条件下对均质样品多次取样进行一系列检测成果的靠近程度（离散程度）。

精密度考察应使用均质和可信的样品。在得不到均质和可信样品的状况下，可用在试验室配制对应的样品或样品溶液进行考察。指纹图谱试验措施的精密度一般以多次测量成果（相似度值）的变异性、原则偏差或变异系数来体现。详细精密度测量可用反复性(Repeatability)和重现性(Reproducibility) 进行考察。

反复性是指在同样的操作条件下，在较短时间间隔的精密度，也称间隙测量精密度。反复性的评价应在措施的规定浓度范围内至少测定 9 次(如 3 种浓度，每一措施测定 3 次)，或在 100 %的试验浓度下，至少测定 6 次，将所得成果进行相似性评价。

重现性是指在不一样试验室之间的精密度（合作研究，一般用于措施学的原则化）。在措施需要原则化的时候，重现性是通过试验室之间的评价，即于不一样试验室采用复核、审核、标化、盲试等不一样的措施进行精密度考察，同步需要考察真实值的变异范围，确定措施自身的误差来源。

反复性和重现性的详细范围应据实际状况确定。

③耐用性(Robustness)

指纹图谱耐用性是指不一样条件下分析同同样品所得测试成果的变化程度，是中药指纹图谱测定措施耐受环境变化的显示。如对色谱指纹图谱，在实际验证中首先需要考虑各个试验室不一样温湿条件（即不一样试验环境）、不一样分析人员、不一样厂家仪器（包括同一厂家不一样规格仪器），不一样厂家的试剂和不一样柱子（不一样批号和/或供应商）等；另一方面需考虑措施自身的参数波动的影响，如流速、柱温、波长变异、展开剂比例、流动相构成等，最终还包括分析溶液的稳定性、提取时间、流动相 pH 值变化的影响、流动相组分变化

的影响等。对于薄层色谱和气相色谱还包括薄层板、展开系统；不一样类型的担体、柱温、进样口和检测器温度等。

经系统试验，应对成果予以阐明，并确定不引起系统较大变化的范围，保证措施的有效。

（4）中药指纹图谱的数据处理和计算分析

中药指纹图谱获取所得到的数据，应是符合实际状况的色谱、光谱或其他源数据或积分成果。

应建立比较图谱的一致性或相似程度的措施。

对于用于评价产品一致性、批间均一和稳定性的指纹图谱，提议应用现代信息学措施分析指纹图谱，其长处是可以借助计算机辅助计算给出客观、精确的成果，分析成果稳定、可反复。

计算一般可分为谱峰匹配、化学特性提取、相似度计算、模式分类等环节。

采用相似度方式进行数据分析，可通过一定的计算机软件进行，但必须提供算法及操作环节供详细评价使用。

采用相似度评价软件计算相似度时，若峰数多于 10 个，且最大峰面积超过总峰面积的 70%，或峰数多于 20 个，且最大峰面积超过总峰面积的 60%，计算相似度时应考虑清除该色谱峰。

对于用于鉴别的指纹图谱，若可以提供对照提取物，则优先考虑采用对照提取物作对照，也可以采用原则中给出的对照指纹图谱作对照进行目测比较，比较其色谱峰的峰数、峰位、峰与峰之间的比例等简朴易行的措施。

为保证特性或指纹图谱具有足够的信息量，必要时可使用二张以上特性或指纹图谱。

（二）检查

检查项重要包括安全性、有效性、均一性与纯度规定四个方面，应根据中药材（包括饮片）、提取物（包括植物油脂）、中药制剂的详细状况，研究建立合理的检查项目。

《中国药典》附录收录的检查措施根据药物的不一样状况有的会按序排列多种措施，制定各品种质量原则时，应考察每种措施对所测品种的合用性，一般应明确规定使用第几法并阐明

使用该措施的理由。

对于需要根据品种状况制定检查程度的项目，应按规定搜集足够量有代表性的样品，根据实测数据制定程度。

（三）、含量测定

1、 测定成分的选择

一般应根据中药的功能主治或活性试验成果来选择对应的专属性成分、活性成分作为含量测定的指标，防止选择无专属性的指标成分或低活性的微量成分，同步应首选样品中原含成分，防止选用水解成分作为测定指标。

当单一成分不能反应当药的整体活性时，应采用多成分或多组分的检测措施。

2、 供试品溶液制备措施选择 （1）提取条件确实定,应对不一样溶剂、不一样提取方式、不一样步间及不一样温度等条件进行比较，确定最佳条件，并提供研究数据。

（2）分离纯化条件确实定，根据被测成分的性质，对样品溶液可进行合适的分离纯化以排除干扰物质，如采用液-液萃取及聚酰胺、氧化铝、硅胶、大孔吸附树脂等色谱纯化措施，并提供措施选择的根据及对应的研究数据。

3、 含量测定措施的选择及研究内容规定

含量测定措施应具有专属性，如测定措施无法做到专属性而采用了某一种非专属性的措施，则应用其他的分析措施来到达总体的专属性。例如，可附加一种合适的鉴别试验（如特性或指纹图谱等）。

选用的分析措施应符合“中药质量原则分析措施验证指导原则”的规定。（1）容量法重要用于含矿物类药材的含量测定，常用中和法、碘量法、银量法、络合量法等。

应注意对样品必要的处理、破坏，取样量应满足精度规定，消耗滴定液控制在 10—20ml；
确定滴定液、滴定度及指示剂等，指示剂对终点变色应敏锐、易观测、无其他颜色干扰。

(2) 重量法

选择供试品用量、提取、分离、纯化及干燥等条件，必要时提供换算因子（四位有效数字）。

(3) 氮测定法

重要用于含较多蛋白质或氨基酸中药的含量测定。根据品种状况确定使用常量法或半微量法，
照现行版《中国药典》附录收载的氮测定法测定并规定程度。

(4) 紫外-可见分光光度法

紫外-可见分光光度法用于在特定波长处对光有吸取或通过加入一定的显色剂后有吸取的单一成分或类别成分的含量测定，常用措施有对照品比较法和比色法。中药成分复杂、干扰原因不易排除，成分含量变化幅度大，因此紫外-可见分光光度法中的吸取系数法一般不适宜采用。

建立措施时应确定供试品溶液及对照品溶液的制备措施，选择最佳的测定波长，配制供试品溶液时，提取、转移、稀释次数应尽量少；取样量应合适，一般吸光度应在 0.3-0.7 之间。

注意，采用比色法测定供试品溶液与对照品溶液的最大吸取波长也应一致；制备原则曲线时至少应取 5 份以上对照品溶液进行测定。

(5) 薄层色谱扫描法

薄层色谱扫描法用于中药含量测定期，应选择在一定条件下能产生荧光的化学成分，需要显色后进行扫描测定的成分一般不倡导使用该措施。

应采用预制的商品薄层板；扫描方式一般选用反射方式，采用吸取法或荧光法；扫描措施可采用单波长扫描或双波长扫描。

①

应优化选择供试品提取与纯化措施，供试品取样量应能使被测成分的含量在对照品高下浓度的范围内，并注意防止点样量超载。

②应优化选择薄层色谱条件，如薄层板型号（注意对不一样厂家及不一样批号的薄层板进行分离效果比较）、薄层板的预处理、展开溶剂、展开条件、检视条件、扫描条件等。

③要关注试验环境（例如，温度、湿度）对成果的影响，对温、湿度敏感的品种应将温、湿度规定列入原则正文。

④计算措施一般采用线性回归二点法或多点法校正多项式回归计算。

（6）高效液相色谱法

高效液相色谱法具有分离性能高、分析速度快、敏捷、操作简便等特点，已成为中药含量测定的首选措施。测定措施有内标法和外标法，一般首选外标法。流动相构成可采用固定比例（等梯度洗脱）或按程序变化比例（梯度洗脱）。常用的检测器为紫外检测器（UV）、荧光检测器、示差折光检测器、蒸发光散射检测器（ELSD）、质谱检测器等。

建立措施时应以二极管阵列检测或质谱检测对所测定的样品峰进行单一性验证，并将验证成果列入起草阐明中。

①根据被测成分的性质选用合适的色谱柱，一般首选 C18 柱，注意色谱柱的性能、合用范围、合适的 pH 值范围等。

②优化色谱条件，如色谱柱、流动相构成及比例(尽量防止使用缓冲溶液)、洗脱程序、检测波长等；确定系统合用性试验参数（理论板数、分离度等）。

③选定供试品取用量、提取及纯化措施（采用超声处理时，应规定超声功率、频率，必要时注明超声温度），稀释体积、定容体积等；选定对照品溶液配制用溶媒、配制浓度、配制措施等。

运用蒸发光散射检测器（ELSD）检测时，应根据供试品中被测成分的峰面积积分值或响应值进行数学转换后进行计算。

（7）气相色谱法 气相色谱法用于含挥发性成分的含量测定，测定措施有内标法、外标法，中药含量测定首选外标法。检测器有火焰离子化检测器（FID）、热导检测器（TCD）、质谱检测器（MS）等。

①建立措施时可选择填充柱或毛细管柱，一般中药测定宜选用毛细管柱；选用毛细管柱时应考察确定毛细管柱种类、柱长、内径、膜厚度等；选用填充柱应考察确定固定相种类及涂布浓度。

②选择进样口温度、柱温（若为程序升温应确定初始温度、程序升温速度、到达温度、保持时间等）、检测器温度、分流比、理论板数等有关参数。

③采用内标法时，应选定合适的内标物质及校正因子的测定措施，内标物质的峰应能与样品中的被测成分及杂质峰到达很好的分离。

④采用外标法定量时，为保证进样误差符合规定，宜采用自动进样，提高进样反复性。

⑤选定供试品取量、提取及纯化措施（采用超声处理时，应规定超声功率、频率，必要时注明超声温度），稀释体积、进样体积等；选定对照品溶液配制用溶媒、配制浓度、配制措施等。

（8）电感耦合等离子体质谱法

电感耦合等离子体质谱法敏捷度高，可用于多种元素的同步测定，分析效率高，是目前国际公认的最先进的元素分析措施。测定模式有一般模式和氦气碰撞反应模式及氢气碰撞反应模式。定量措施有工作曲线法、原则加入法，一般首选工作曲线法。

①建立措施时应根据元素的特性选择测定模式（例如测定砷应选用氢气或氦气碰撞反应模

式); 选择合适的测量质量数。

②测定前应对仪器进行敏捷度和干扰物调谐，到达规定后方可进行测定。

③考察工作曲线的线性浓度范围，有关系数不得不不小于 0.9990。

④试验用器皿以免被污染，均应事先洗洁净并用 10%硝酸浸泡过夜后再用去离子水冲洗洁净备用。

⑤试验用试剂应选择优级纯或更纯级别，水为去离子水（电阻率应不小于 18M Ω ）

⑥选择供试品溶液的制备措施取样量、消化试剂、消化措施（推荐使用微波消解措施，该措施不易污染，样品消解过程元素不易损失，亦可采用干法消解或湿法消解，但应对消解措施和温度进行措施考察）等。上机溶液应澄清，酸度一般不不小于 10%。供试品溶液中元素的浓度应在工作曲线的浓度范围之内，否则应调整取样量或稀释倍数，并同法制备空白溶液作为试样空白。

⑦制备并测定空白样品溶液，考察各待测元素的检测限。

⑧原则物质测定值应为参照值的 70%~130%；加标回收试验成果应为 60%~140%。

（9）原子吸取分光光度法 原子吸取分光光度法用于测定原子态的金属元素和部分非金属元素，按照原子化方式的不一样分为火焰原子吸取、石墨炉原子吸取、氢化物原子吸取和冷蒸汽发生原子吸取 4 种。

应针对样品中元素含量高下和所测元素的特性选择合适的原子化措施：火焰原子吸取法一般测定元素的含量为 ppm 级，少数元素可达 ppb 级；石墨炉原子吸取法重要可用于铅、镉等元素的测定其检测元素的含量一般为 ppb 级；氢化物原子吸取法多用于砷、硒、锡、锑、汞的测定，可测定溶液浓度为 ppb 级；冷蒸汽发生原子吸取也用于汞的测定，其测定浓度可达 ppb 级。

测定措施有原则曲线法、原则加入法。

①分析措施的选择 应针对测定元素的种类和特性进行分析，一般中药重金属及有害元素的测定中铅、镉采用石墨炉原子吸取法；砷和汞采用氢化物原子吸取法（汞一般用冷原子吸取法）；铜采用火焰原子吸取法。

②分析条件的选择：

测定前应对仪器敏捷度和基质干扰等原因进行优化，到达规定后方可进行测定。

A 分析线：原子吸取法中常选择待测元素的共振作分析线，但并不是任何状况下都应使用共振线，例如 As、Se、Hg 的共振线在远紫外区，该区域火焰吸取强烈，不适宜选用共振线作分析线。在选择分析线时，一般选用不受干扰且吸取最强的谱线作为分析线。

B 狭缝宽度的选择：选择不引起吸光度减小的最大狭缝宽度。

C 原子化条件的选择：对于火焰原子化法，火焰的种类和燃助比的选择是很重要的。当燃气和助燃气选择好后，可通过下述措施选择燃助比：固定助燃气流量，变化燃气流量，测量原则溶液在不一样燃助比时的吸光度，绘制吸光度-燃助比关系曲线，以确定最佳燃助比；对于石墨炉原子化器的使用，应注意干燥是一种低温去溶剂的过程，可在稍低于溶剂沸点的温度下进行。灰化是为了破坏和清除试样基体，可根据样品实际添加基改剂，在保证试样无明显损失的前提下，将试样加热到尽量高的温度。原子化阶段应选择最大吸取信号的最低温度。总之，根据试样的性质确定各阶段所选定的温度与加热时间。

③选择合适的定量措施，一般采用原则曲线法，并考察工作曲线的线性浓度范围，有关系数不得不小于 0.995。但假如基体效应较强，无合适基体匹配时可考虑原则加入法，其长处是可以更好地消除样品中其他成分对测定的影响。

④一般原子吸取每份样品测定期至少读数 2 次或以上，并比较几次读数成果，若有偏离太大（正常测定浓度范围内 $RSD > 30\%$ ）应重新测定或检查仪器及工作条件与否合适。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。

如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/586133113141010150>