

附錄 V 重金屬檢定方法

重金屬是指重金屬及其相應化合物，源自外來污染，被吸收並累積於藥材內，以砷 (As)、鎘 (Cd)、鉛 (Pb)、汞 (Hg) 對人類有較高毒性。

方法

- (1) **重金屬分析** — 分析方法必須通過驗證並符合下列要求：
 - (a) 方法應適合於測定重金屬的分析；
 - (b) 確定重金屬的檢測限及定量限；
 - (c) 各個重金屬的定量限均定為 0.05 mg/kg；
 - (d) 加樣回收率應在 75-125% 之內；
 - (e) 方法重複性的相對標準偏差應小於 15%；
 - (f) 儀器檢測的校對範圍應呈綫性反應。
- (2) **試劑** — 所用試劑及溶劑均須為分析純或等同，並不含有任何可干擾分析之污染物。
- (3) **容器** — 用以盛載樣品、標準溶液及供試品溶液之容器必須經稀酸清洗，並用蒸餾水及去離子水沖淨。
- (4) **樣品製備** — 選取具有代表性的藥材，如需要，在磨粉前可先將藥材粉碎。在樣品分析前，藥材樣品必須先粉碎。在可行情況下，取樣量應不少於測試量之五倍。
- (5) **操作程序** — 以下操作程序可用於藥材中含砷、鎘、鉛及汞的定量檢測。個別藥材樣品操作程序可適當修改。

- (a) **微波輔助酸消解** — 精密稱取樣品 0.5 g，置聚四氟乙烯消解罐內，加硝酸 7.5 mL，放置至反應停止，加蓋並將整個消解罐置於微波消解爐內，選擇適合的微波消解程序，進行消解。根據實驗室所用微波消解爐的類型，選擇低壓或高壓以輔助酸消解。完結後，放冷，透氣。將消解液置於 50-mL 量瓶中，加水稀釋至刻度，然後將稀釋消解液置離心管，離心分離 5 分鐘後，精密吸取溶液 10 mL，置於 50-mL 量瓶中，加水至刻度，作為供試品溶液。
- (b) **定量分析** — 用電感耦合等離子體質譜儀測定重金屬含量，並以銦 (In) 作內標。如選用其他內標物應經驗證。

所用的電感耦合等離子體質譜儀必須符合下列要求：

- 於 10% 峰高點的分離度相等或優於 0.7 amu
- 質量範圍至少由 6 至 240 amu，且質量準確度為 ± 0.05 amu
- 可校正等質量干擾並可運用內標技術的數據系統

以 3% (v/v) 硝酸製成至少 4 個含有適當濃度擬測定重金屬標準溶液作標準曲綫製備之用。

附註：供試品溶液中內標溶液濃度應與標準溶液中內標溶液濃度相同。

建議電感耦合等離子體質譜儀的操作程序參數如下：

霧化氣流速 : ~ 0.9 L/min

輔助氣流速 : ~ 1.2 L/min

等離子體氣流速 : ~ 15 L/min

積分時間 : 1000 ms

等離子體無線電頻輸入功率 : 1200 W

檢測器 : 雙模式

掃描模式 : 跳峰式

先根據儀器說明書提供程序調校電感耦合等離子體質譜儀，以混合標準溶液校正儀器。收集數據前，用空白溶液沖洗系統直至訊號回復空白水平。如需要，可用同位素監測光譜干擾並作合適改正。建議監測用的同位素見於表1。測定砷、鎘及汞選取同位素分別為⁷⁵As、¹¹⁴Cd及²⁰²Hg。測定鉛，則用²⁰⁶Pb、²⁰⁷Pb及²⁰⁸Pb訊號之總和。

表 1 建議監測用的同位素

重金屬	同位素 (m/z)
砷	75
鎘	111, 114
鉛	206, 207, 208
汞	200, 202

- (6) **限度** — 除源於礦物的藥材或另有規定外，藥材樣品中重金屬應符合表 2 所列的限度。

表 2 藥材中的重金屬限度

重金屬	限度 (不多於)
砷	2.0 mg/kg
鎘	1.0 mg/kg
鉛	5.0 mg/kg
汞	0.2 mg/kg