

Nelumbinis Receptaculum 蓮房	穿山龍 Dioscoreae Nipponicae Rhizoma	Dendrobii Officinalis Caulis 鐵皮石斛 Fritillariae Cirrhosae Bulbus 川貝母	Ilicis Cornuta Folium 柏葉 Drynariae Rhizoma 石上柏	Ilicis Cornuta Folium 柏葉 Cervi Cornu Pantotrichum 鹿茸 Inulae Radix 土木香
Cirsii Japonici Herba 大薊	仙鶴草 Agrimoniae Herba	Ilicis Rotundae Cortex 救必應 Selaginellae Doederleinii Herba	骨碎補 附錄 V 重金屬檢定方法	Inulae Radix 土木香 Polyporus 豬苓

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線性反應。
- (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。

Strychni Semen (unprocessed) 馬錢子(生)	Ginseng Folium 人參葉	Aconiti Lateralis Radix (unprocessed) 附子(生)	Litseae Fructus 華澄茄
Mahoniae Caulis 功勞木	Pseudolaricis Cortex 土荊皮 橘紅	Bolbostemmatis Rhizoma 土貝母	Bufonis Venenum 蟾酥
Citri Exocarpium Rubrum 附錄 V 重金屬檢定方法	Magnoliae Officinalis Flos 厚朴花	Rosae Chinensis Flos 月季花	Lonicerae Japonicae Flos 金銀花

- (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線製備之用。

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 |

Nelumbinis Receptaculum 蓮房	穿山龍	Dendrobii Officinalis Caulis 鐵皮石斛	Ilicis Cornutae Folium 桂葉	Cervi Cornu Pantotrichum 鹿茸
Cirsii Japonici Herba 大薊	仙鶴草	Dioscoreae Nipponicae Rhizoma	Fritillariae Cirrhosae Bulbus 川貝母	Inulae Radix 土木香
Agrimoniae Herba	救必應	Ilicis Rotundae Cortex	Drynariae Rhizoma 石上柏	Polyporus 豬苓
		Selaginellae Doederleinii Herba	骨碎補	附錄 V 重金屬檢定方法

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 (<i>m/z</i>)
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