

100年度「強化中藥製程安全與建立研發平台及
中醫藥產業科技人才培訓中心」計畫
中藥廠品管作業實務訓練

中藥中重金屬檢驗方法建立及應注意事項

行政院衛生署食品藥物管理局 陳石松

主辦單位：行政院衛生署中醫藥委員會

執行單位：中華民國製藥發展協會

- 中藥材及中藥濃縮製劑中重金屬之限量
- 重金屬檢驗方法
 - 石墨爐式原子吸收光譜法-鉛、銅、鎘、砷之檢驗
 - 氫化式-原子吸收光譜法-砷之檢驗
 - 冷蒸氣-原子吸收光譜法-汞之檢驗
 - 感應耦合電漿放射光譜法
 - 感應耦合電漿質譜法
 - 總重金屬檢驗方法

中藥材中重金屬限量標準

中藥材	重金屬限量(ppm)				
	鉛	鎘	汞	砷	銅
錫蘭肉桂、肉桂花及其他肉桂、肉桂及肉桂花	30	2	2		
吉林人參、高麗紅參、高麗白參、日本紅參、日本白參、其他人參根				2	
杜仲	30	2	2		
白芍	5	0.3	0.2	2	20
丹參	5	0.3	0.2	2	20
黃耆	5	0.3	0.2	2	20
白芍藥	5	0.3	0.2	2	20
甘草根	5	0.3	0.2	2	20
五加皮	30	2	2		
白及	30	2	2		
枇杷葉	30	2	2		
金銀花	5	0.3	0.2	2	20

中藥材中重金屬限量標準

- 總重金屬：10 ~ 20 ppm 以下
- 砷：2 ~ 10 ppm 以下
- 鉛：5 ~ 30 ppm 以下
- 鎘：**0.3** ~ 2 ppm 以下
- 汞：**0.2** ~ 2 ppm 以下
- 銅：20 ppm 以下

中藥濃縮製劑含異常物質之限量

異常物質	限量	適用範圍	檢驗方法	備考
總重金屬	30以下(ppm)	<ul style="list-style-type: none"> 一. 複方製劑。 二. 三七等100項^(註1)單味製劑，自100年12月1日起實施。 三. 其餘單味製劑，應於101年7月1日起符合本標準。 	台灣傳統藥典、中華藥典、日本藥局方、歐洲藥典、美國藥典、中華人民共和國藥典或藥廠自行開發檢驗方法(需提依據)等，藥典以最新版本或前一版本為限。	特殊情形者，另行公告。
砷	3以下(ppm)	<ul style="list-style-type: none"> 一. 33項^(註2)基準方。 二. 九味羌活湯等67項^(註1)基準方，自100年12月1日起實施。 三. 已公告200基準方之其餘製劑，應於102年7月1日起符合本標準。 		
鎘	0.5以下(ppm)			
汞	0.5以下(ppm)			
鉛	10以下(ppm)			

中藥材及中藥製劑重金屬檢驗方法

檢驗項目	檢驗方法
總重金屬	中華中藥典、日本藥局方及大陸藥典
砷	1. 中華中藥典（AA及 ICP-MS） 2. 大陸藥典（GFAAS及 ICP-MS） 3. 參考衛生署公告「食品中重金屬檢驗方法」
鉛	
鎘	
汞	
銅	

前處理

乾式灰化法

濕式消化法

微波消化法

檢測方法

石墨爐式原子
吸收光譜法
GFAAS

氫化式-原子吸
收光譜法
HG-AAS

冷蒸氣-原子吸
收光譜法
CV-AAS

感應耦合電漿
放射光譜法
ICP-OES

感應耦合電漿
質譜法
ICP-MS

前處理方法之比較

- 乾式灰化法 (Dry ashing methods)
 - 檢體以電熱方式高溫 (450°C) 加熱碳化、灰化，再以酸溶液加熱溶解為檢液。
- 濕式消化法 (Wet Digestion)
 - 以硝酸、硫酸等強氧化劑將檢體以電熱加熱 (100-200°C) 分解為檢液。
- 微波消化法 (Microwave Digestion)
 - 以硝酸、硫酸等強氧化劑將檢體以微波加熱分解為檢液。

前處理

乾式灰化法

加熱板

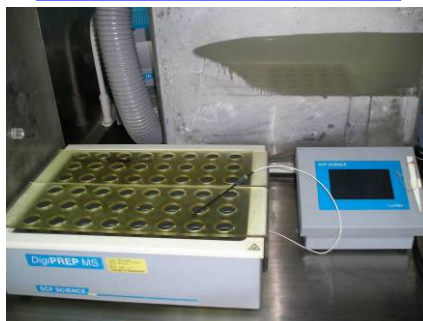


灰化爐



濕式消化法

石墨加熱板



微波消化法

微波消化裝置



乾式消化法 (Dry ashing methods)

■ 優點

- 可同時處理大量有機物樣品
- 無樣品量大小之限制
- 操作簡單，不需經常監視

■ 缺點

- 灰化速度慢
- 易造成揮發性元素遺失
- 非密閉易造成汙染。

濕式消化法 (Wet Digestion)

■ 優點

- 可同時處理大量檢體
- 分解溫度較低，不易造成待測元素逸失，適用於低沸點元素之前處理，操作簡單。
- 配合防塵裝置可避免環境污染。

■ 缺點

- 消化速度慢。
- 受樣品量大小之限制。
- 易造成揮發性元素遺失，需經常監視。

微波消化法

優點

- 消化效果再現性高
- 消化速度快
- 消化酸液不易損失
- 受汙染機會小
- 揮發性元素不易漏失
- 節省人力
- 酸氣不易溢散
- 可觀察反應過程
- 酸量用量少
- 空白值低



缺點

- 消化樣品數量不多
- 微波爐價格昂貴

前處理方法之比較

	乾式灰化法	濕式消化法	微波消化法
取樣量	5.0 g	0.5-1.0 g	0.5-1.0g
酸液用量	5 mL	10 mL	10 mL
檢液體積	25 mL	25 mL	25 mL
稀釋倍數	5	25-50	25-50
時間	8-12 小時	2 小時	20-30 分鐘

中藥中重金屬測定法草案

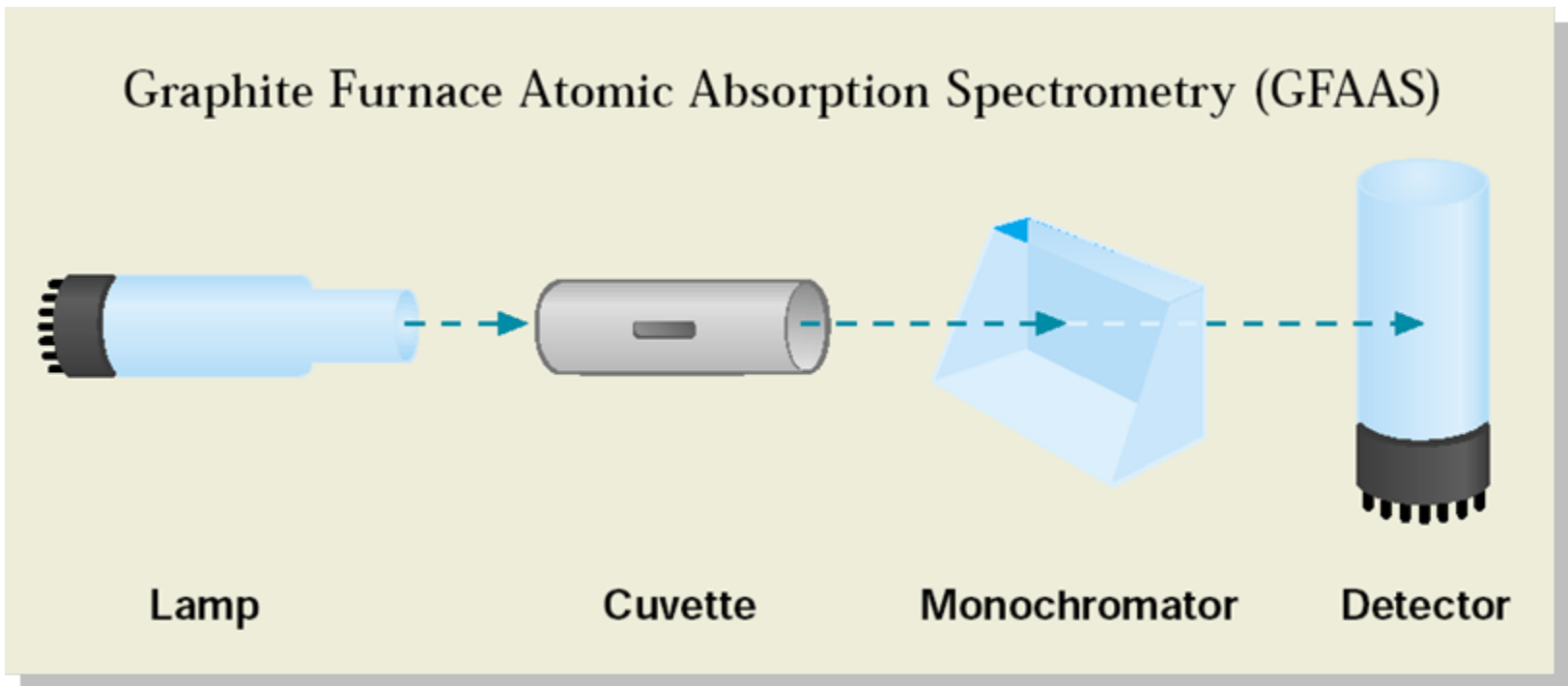
- 石墨爐式原子吸收光譜法
- 氫化式-原子吸收光譜法
- 冷蒸氣-原子吸收光譜法
- 感應耦合電漿放射光譜法
- 感應耦合電漿質譜法

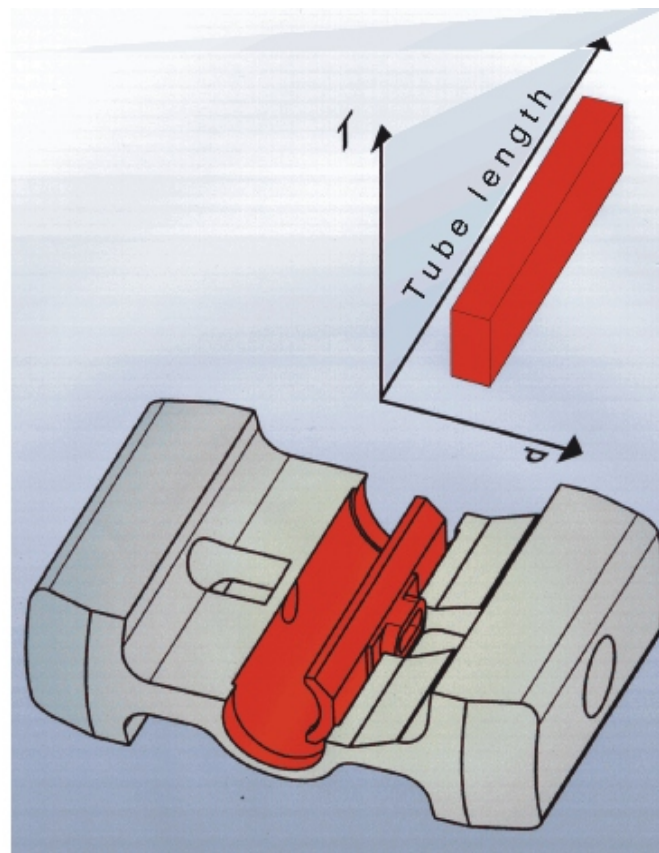
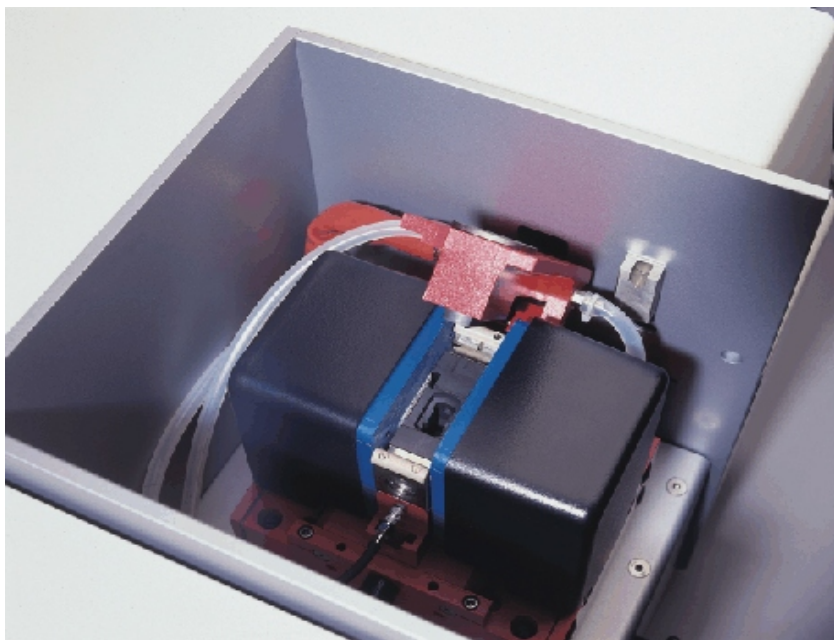
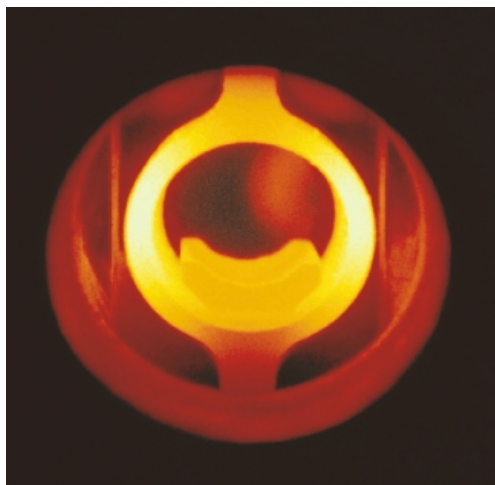
石墨爐式原子吸收光譜法

- 檢測項目：鉛、銅、鎘及砷
- 消化前處理：
 - 乾式消化法：適用於鉛、銅及鎘之檢驗。
 - 酸消化法：適用於鉛、銅、鎘及砷之檢驗。
 - 微波輔助酸消化法：適用於鉛、銅、鎘及砷之檢驗。
- 檢測：
 - 利用電熱方式加熱石墨爐中之檢液，經去溶劑、灰化和原子化等過程，將位於石墨爐中之待分析元素原子化，以中空陰極燈管或無電極放電燈管產生之特定元素激態原子的輻射光束通過石墨爐，利用入射之特性光強度的變化量換算求得樣品溶液中待測元素之濃度。

石墨爐式原子吸收光譜法

Graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS)

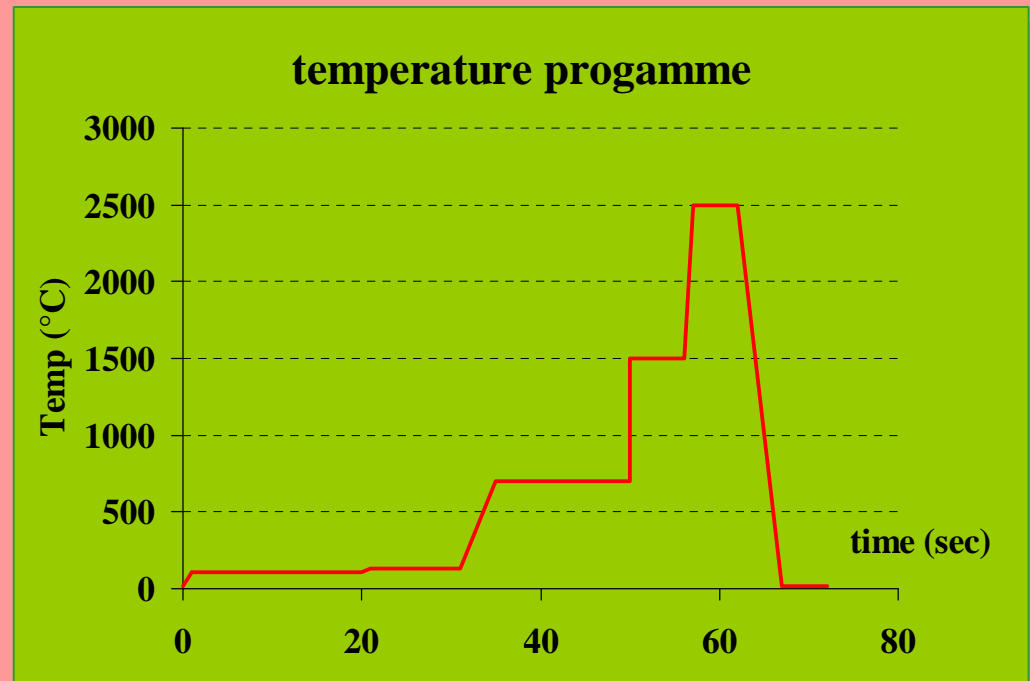




石墨爐中的原子化過程

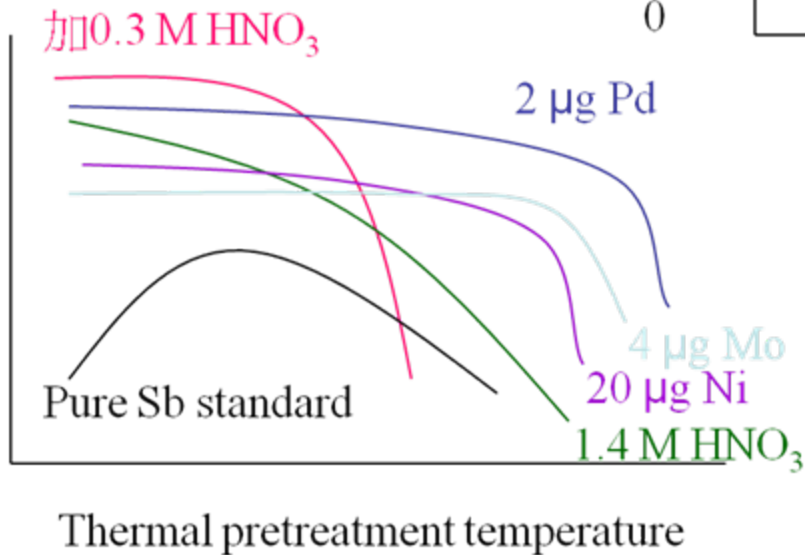
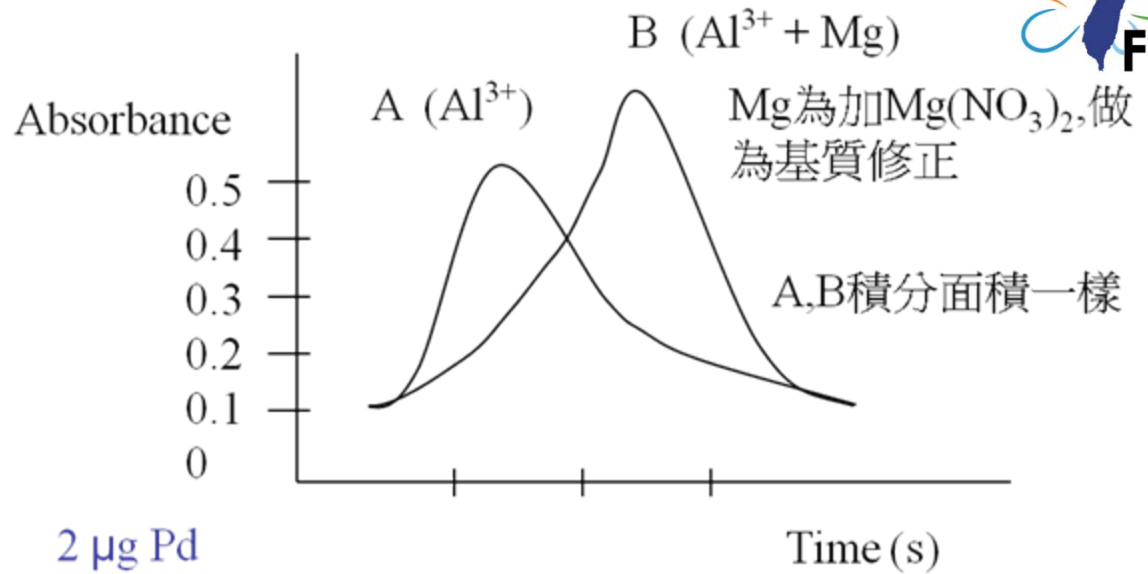
液體試樣在石墨爐中原子化過程可分為：

- 乾燥
- 灰化
- 原子化
- 淨化四個步驟



Matrix modifier 之作用

1. 讓干擾物揮發快一點
2. 讓分析物耐高溫一點



Matrix modifier (NH₄)NO₃

Ni(NO₃)₂

Mg(NO₃)₂

Mo(NO₃)₂

Pd(NO₃)₂ (耐高溫) 例如 Pb, Cd加Pd²⁺成合金, 可使揮發性好一點

檢量線製作

- 精確量取一系列濃度的標準溶液各 $20\ \mu\text{L}$ ，分別加入基質修飾劑（砷及銅使用基質修飾劑 I，鉛及鎘使用基質修飾劑 II） $2\ \mu\text{L}$ ，分別注入石墨爐式原子吸收光譜儀中測定，並製作檢量線。
 - 基質修飾劑 I：含鈣 $1000\ \mu\text{g/mL}$ 及硝酸鎂 $600\ \mu\text{g/mL}$ 之混合溶液。
 - 基質修飾劑 II：含磷酸二氫銨 $10000\ \mu\text{g/mL}$ 及硝酸鎂 $500\ \mu\text{g/mL}$ 之混合溶液。

檢液之調製

1. 乾式消化法：適用於鉛、銅及鎘之檢驗。

取檢體1~5 g，精確稱定，置於坩堝中，於電熱板加熱碳化至無煙，移入灰化爐以450°C灰化3~5小時，如灰化不完全，放冷後加硝酸 0.5~3 mL，於電熱板加熱乾燥後，移入灰化爐以450°C灰化3~5小時，反覆操作至灰分成白色。放冷後加1 N硝酸 5 mL加熱溶解後，以去離子水定容至20 mL，供作檢液。

2. 酸消化法：適用於鉛、銅、鎘及砷之檢驗。

取檢體0.5~1 g，精確稱定，置於消化瓶中，加入硝酸10 mL，於電熱板中以60°C加熱消化30分鐘後，再升溫至95°C，加熱消化至澄清，放冷後以去離子水定容至20 mL，供作檢液。

3. 微波輔助酸消化法：適用於鉛、銅、鎘及砷之檢驗。

取檢體約0.2~0.5 g，精確稱定，置於高壓微波消化瓶中，加入硝酸 6 mL及過氧化氫 1.5 mL，置於微波消化裝置內消化，消化完成後，以去離子水定容至 20 mL，供作檢液。

檢品溶液的定量

- 精確量取檢液20 μL
- 加入基質修飾劑（砷及銅使用基質修飾劑 I，鉛及鎘使用基質修飾劑 II）2 μL
- 注入石墨爐式原子吸收光譜儀中測定，代入檢量線中，並依下列計算式求出檢體中鉛、銅、鎘或砷之含量(ppm)。

$$\text{檢體中鉛、銅、鎘或砷之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M \times 1000}$$

C：由檢量線求得檢液中鉛、銅、鎘或砷之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：檢體之重量(g)

■ 優點

- 可利用昇溫程式或基質修飾劑，去除待測物樣品中不需要的基質成份，以減少干擾。
- 所使用的樣品體積較火焰式原子吸收光譜法少
- 靈敏度較佳，可分析ppb級樣品溶液
- 液態樣品可直接分析。

■ 缺點

- 每次僅能分析一種元素，分析之時間較長
- 耗材（石墨管）昂貴，分析成本較高。

注意事項

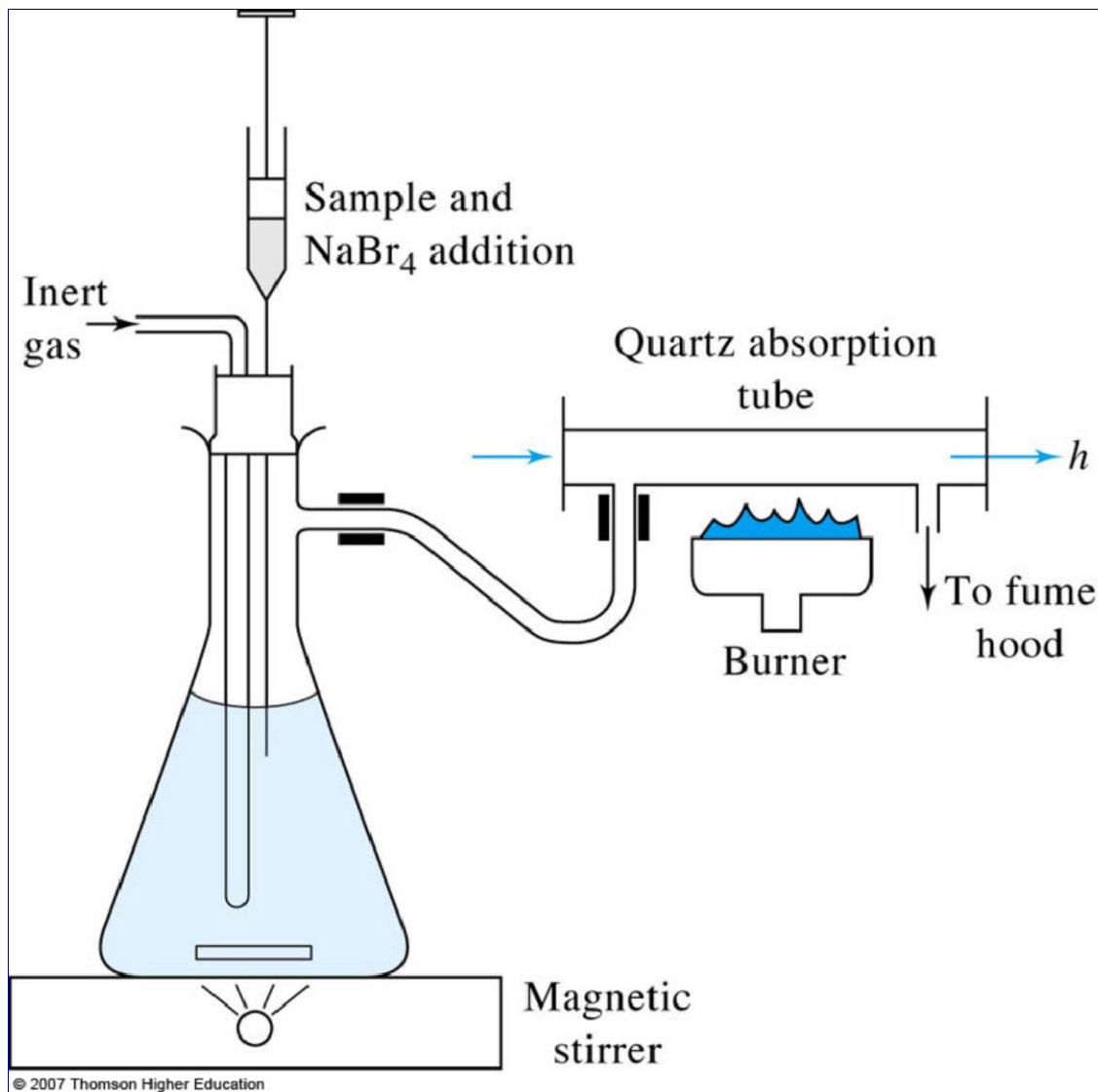
- 由於本方法極靈敏，因此干擾問題較嚴重，針對基質複雜的樣品，如何找到最佳的消化方法，加熱溫度和加熱時間及基質修飾劑是一大挑戰。
- 由於各種元素之原子化所需之溫度不同，選擇適當之升溫程式是必要的，若未使用適當的升溫程式，則化學和離子化的干擾就會產生。

氫化式-原子吸收光譜法

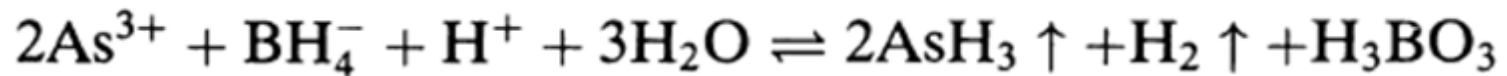
- 檢測項目：砷
- 消化前處理：
 - 酸消化法。
 - 微波輔助酸消化法。
- 檢測
 - 利用選擇性的化學還原反應，將樣品溶液中的砷還原成氫化物而予分離，再導入石英管中，以原子吸收光譜儀檢測。

砷之檢驗-氫化物發生法

- 氫化物發生法原子吸收分析是利用某些元素在強還原劑作用下生成不穩定的共價氫化物，然後將其引入加熱的吸收管中進行原子化，進行原子吸收測定。
- 現有As、Sn、Bi、Ge、Sn、Pb、Se、Te八種元素在強還原劑 NaBH_4 的作用下，可生成易揮發的共價氫化物，這些氫化物在低溫下(約 800°C)，即可解離成基態原子。



- 以As 為例，其反應過程如下：



- 只要在惰性氣體保護下，使氫化物生成並穩定地進入原子化吸收管，在低溫火焰溫度下解離，即可進行原子吸收測定。

氫化物發生法具有以下特點：

- 由於還原效率高，而且原子蒸氣全部通入吸收管，因此分析靈敏度可提高三個數量級以上。可測至sub-ppb級。
- 由於還原時，試樣中的基質並不被還原生成氣體，因而消除了基質的影響。
- 由於光源輻射的特徵光不經過火焰，因而不存在火焰的吸收，所以特別適宜於共振線位於遠紫外區As的測定。
- 氫化物不穩定，在較低溫度下，即可進行原子化。
- 裝置簡單，操作方便。

檢液之調製：

■ 酸消化法：

取檢體0.5~1 g，精確稱定，置於消化瓶中，加入硝酸10 mL，於電熱板中以60°C加熱消化30分鐘後，再升溫至95°C，加熱消化至澄清，加熱趕酸至餘約1 mL，放冷後以10%鹽酸溶液定容至20 mL，供作檢液。

■ 微波輔助酸消化法：

取檢體約0.2~0.5 g，精確稱定，置於高壓微波消化瓶中，加入硝酸6 mL及過氧化氫1.5 mL，置於微波消化裝置內消化，消化完成後，加熱趕酸至餘約1 mL，放冷後以10%鹽酸溶液定容至20 mL，供作檢液。

檢量線製作：

- 取一系列濃度的標準溶液10 mL
- 分別加入30%(v/v)鹽酸溶液10 mL及40%碘化鉀溶液 1 mL
- 於暗處反應1小時
- 分別注入氫化裝置中，與硼氫化鈉溶液反應產生氫化物導入原子吸收光譜儀中測定，並製作檢量線。

檢品溶液的定量：

- 取檢液10 mL
- 加入30%(v/v)鹽酸溶液10 mL及40%碘化鉀溶液 1 mL
- 於暗處反應1小時
- 注入氫化裝置中，與硼氫化鈉溶液反應產生氫化物導入原子吸收光譜儀中測定，代入檢量線中，並依下列計算式求出檢體中砷含量(ppm)。

$$\text{檢體中砷含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M \times 1000}$$

C：由檢量線求得檢液中砷之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：檢體之重量(g)

氫化式原子吸收光譜法

■ 優點

- 可將特定元素由複雜樣品基質中分離出，解決基質干擾之困擾
- 靈敏度較佳，可分析ppb級樣品溶液。

■ 缺點

- 僅能分析特定元素，操作較複雜。

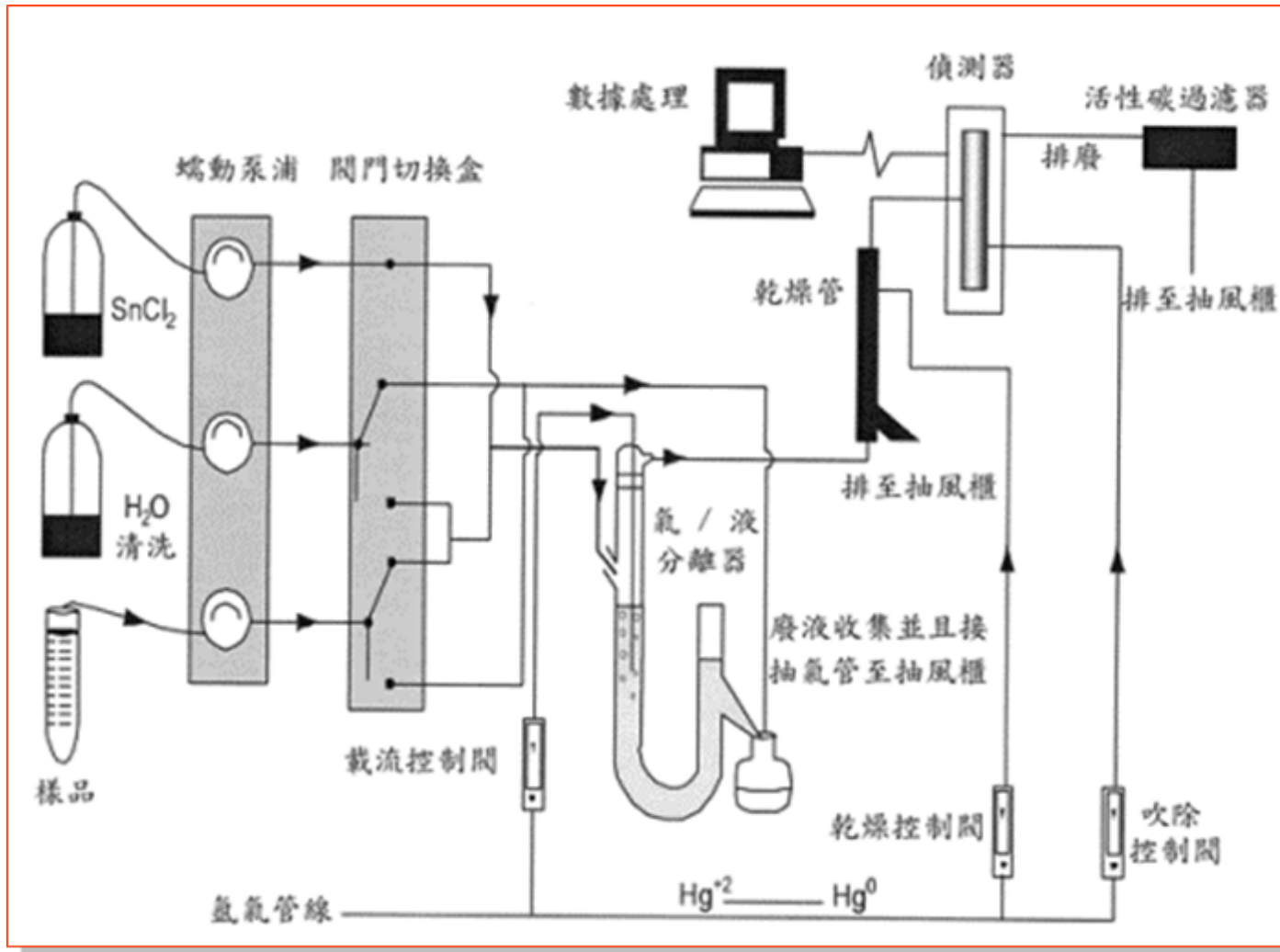
冷蒸氣-原子吸收光譜法

- 檢測項目：汞
- 消化前處理：
 - 微波輔助酸消化法：
 - 取檢體約0.2~0.5 g，精確稱定，置於高壓微波消化瓶中，加入硝酸 6 mL及過氧化氫 1.5 mL，置於微波消化裝置內消化，消化完成後，以去離子水定容至 50 mL，供作檢液。
- 檢測
 - 利用選擇性的化學還原反應，將樣品消化液中的汞還原成汞蒸氣，導入石英管中，以原子吸收光譜儀檢測。

冷蒸氣原子吸收光譜法

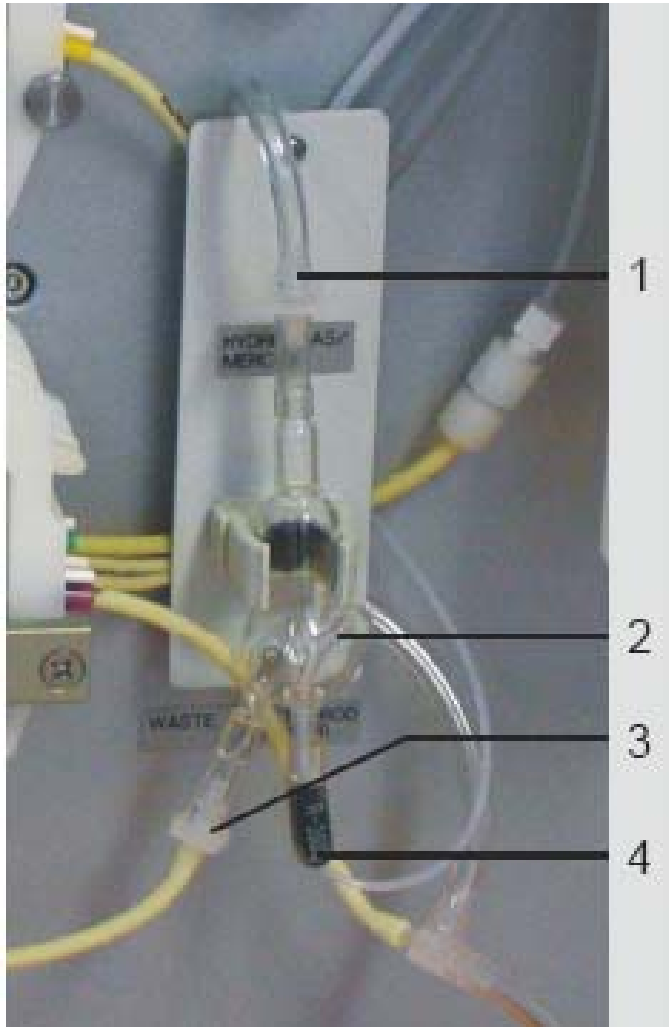
- 冷蒸氣原子吸收光譜法是一種非火焰原子化分析法，主要用於汞含量的分析。
- 由於汞在常溫下有較高的蒸氣壓，所以只要將含Hg的樣品用 SnCl_2 還原成金屬汞，再用適當的氣體將其引入吸收管中即可測量汞蒸氣對吸收線253.7 nm的吸收。

冷蒸氣原子吸收光譜法裝置





氣-液分離器 (Gas-liquid separator)



- 1 Reaction gas outlet
- 2 Bulb
- 3 Liquid waste outlet
- 4 Reaction product inlet

- 檢液之調製：取檢體約0.2~0.5 g，精確稱定，置於高壓微波消化瓶中，加入硝酸 6 mL及過氧化氫 1.5 mL，置於微波消化裝置內消化，消化完成後，以去離子水定容至 50 mL，供作檢液。
- 檢量線製作：取一系列濃度的標準溶液，分別注入汞蒸氣發生裝置中，與氯化亞錫溶液反應產生汞蒸氣導入原子吸收光譜儀中測定，並製作檢量線。

檢品溶液的定量：

- 取檢液分別注入汞蒸氣發生裝置中，與氯化亞錫溶液反應產生汞蒸氣導入原子吸收光譜儀中測定，代入檢量線中，並依下列計算式求出檢體中汞含量(ppm)。

$$\text{檢體中汞含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M \times 1000}$$

C：由檢量線求得檢液中汞之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：檢體之重量(g)

冷蒸氣-原子吸收光譜法

■ 優點

- 可將汞元素由複雜樣品基質中分離出，解決基質干擾之困擾
- 靈敏度較佳，可分析ppb級樣品溶液。

■ 缺點

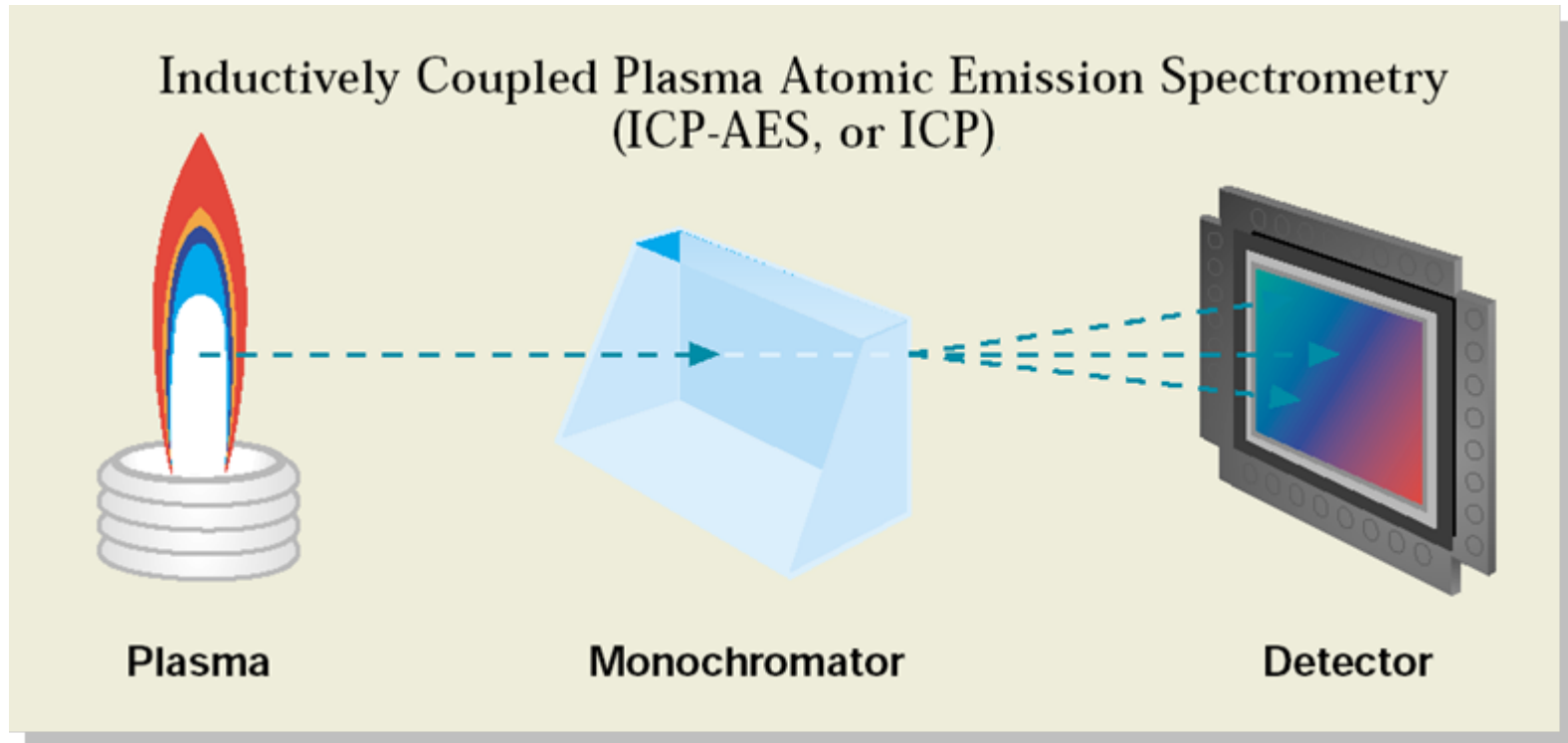
- 僅能分析汞元素，操作較複雜。

感應耦合電漿放射光譜法

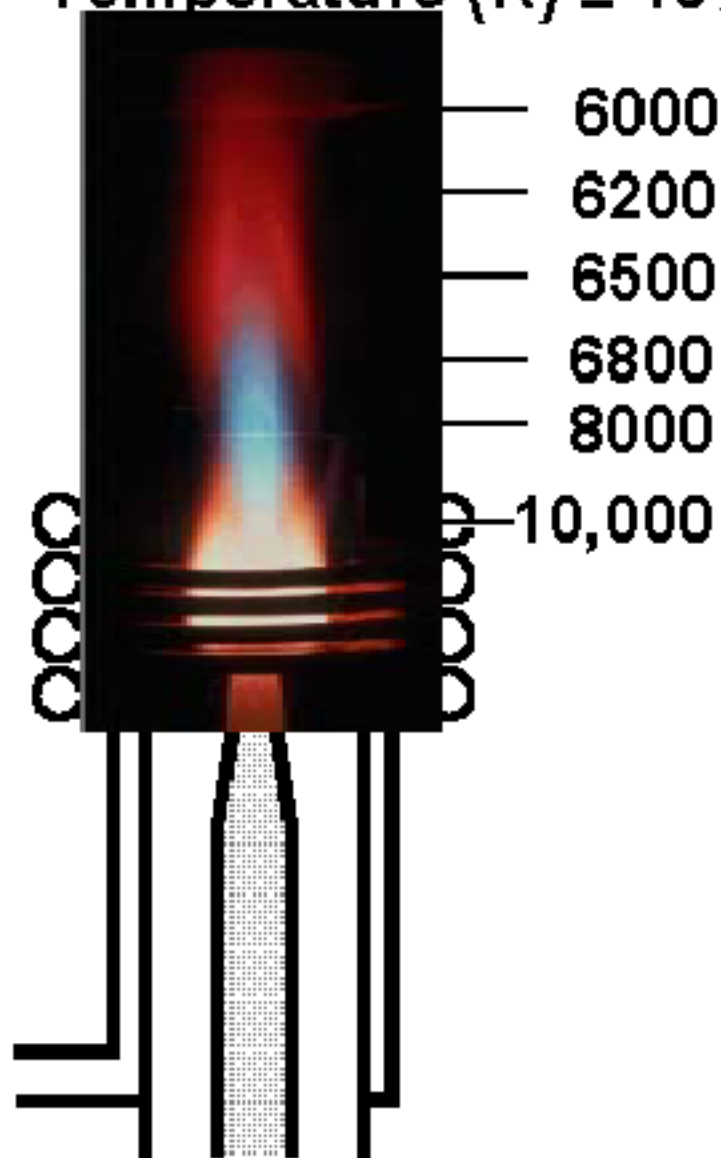
- 檢測項目：鉛、銅、鎘、砷及汞
- 消化前處理：
 - 微波輔助酸消化法：
 - 取檢體約0.2~0.5 g，精確稱定，置於高壓微波消化瓶中，加入硝酸 6 mL及過氧化氫 1.5 mL，置於微波消化裝置內消化，消化完成後，加入內部標準溶液0.2 mL，以去離子水定容至 20 mL，供作檢液。
- 檢測：
 - 利用高頻電磁感應產生的高溫氬氣電漿，使導入之樣品受熱後，經由一系列去溶劑、分解、原子化/離子化等反應，將位於電漿中之待分析元素激發，放射出特定發射光譜線，再由光檢器檢測其含量。

感應耦合電漿原子發射光譜法

Inductively coupled plasma- optical emission spectrometry (ICP-OES)



Temperature (K) $\pm 10\%$



■ 檢液之調製：

- 取檢體約0.2~0.5 g，精確稱定，置於高壓微波消化瓶中，加入硝酸 6 mL及過氧化氫 1.5 mL，置於微波消化裝置內消化，消化完成後，加入內部標準溶液0.2 mL，以去離子水定容至 20 mL，供作檢液。

■ 檢量線製作：

- 將一系列濃度的標準溶液分別導入感應耦合電漿放射光譜儀中測定，並製作檢量線。

檢品溶液的定量

- 取檢液導入感應耦合電漿放射光譜儀中測定
- 代入檢量線中，並依下列計算式求出檢體中鉛、銅、鎘、砷及汞之含量(ppm)。

- 檢體中鉛、銅、鎘、砷及汞之含量(ppm) =
$$\frac{C \times V}{M \times 1000}$$
 - C：由檢量線求得檢液中鉛、銅、鎘、砷及汞之濃度 (ng/mL)
 - V：檢體最後定容之體積(mL)
 - M：檢體之重量(g)

■ 優點

- 本方法具有快速、靈敏及精密的分析特性
- 可同時或快速逐一偵測多種元素。

■ 缺點

- 易受其他元素及電漿氣體造成之背景輻射的影響，雖然ICP儀器皆使用高解析度的光學系統及背景校正設計以減少此種干擾，但在分析微量元素時還是難以避免大量基質成份造成的干擾
- 典型的例子如分析合金中的無機待測物或分析廢石灰(高鈣含量)中的金屬。

注意事項

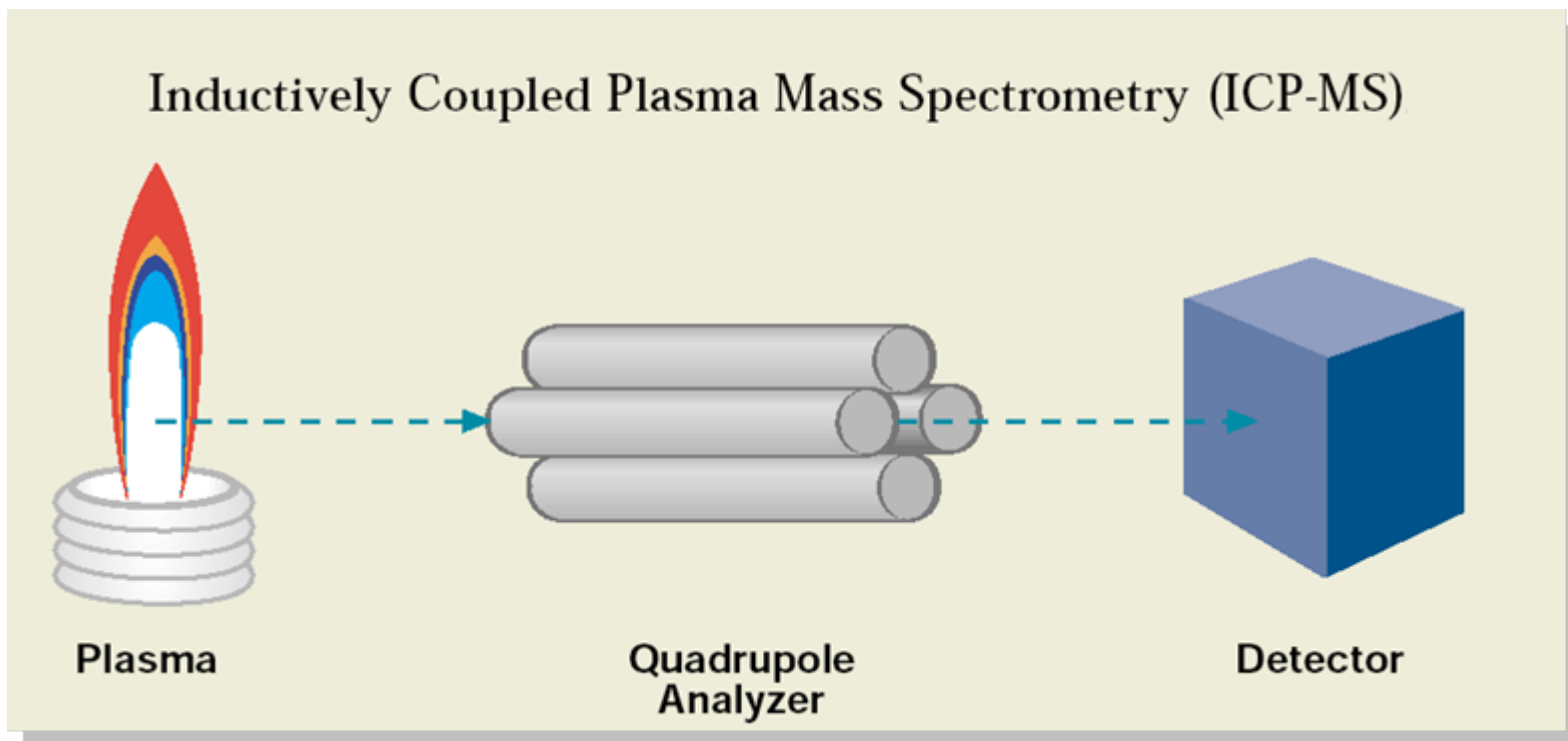
- 利用本方法進行複雜樣品基質的檢測時，應特別注意檢測過程中是否發生**加成性干擾**(Additive interferences)及**相乘性干擾**(Multiplicative interference)。
- 分析人員應於分析樣品前，利用各項干擾確認方法，事先確認是否有發生干擾效應，並針對所遭遇的干擾問題，研擬一適當的修正對策，以求得正確的檢測結果。

感應耦合電漿質譜法

- 檢測項目：鉛、銅、鎘、砷及汞
- 消化前處理：
 - 微波輔助酸消化法：適用於鉛、銅、鎘、砷及汞之檢驗。
- 檢測：
 - 利用高頻電磁感應產生的高溫氬氣電漿，使導入之樣品受熱後，經由一系列去溶劑、分解、原子化/離子化等反應，將位於電漿中之待分析元素形成單價正離子，再透過真空界面傳輸進入質譜儀檢測其含量。

感應耦合電漿質譜儀

Inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS)



■ 內部標準溶液之配製：

- 精確量取銻內部標準品（ $1000 \mu\text{g/mL}$ ） 0.5 mL 及金標準品（ $1000 \mu\text{g/mL}$ ） 5 mL ，以1%硝酸溶液定容至 50 mL ，移入儲存瓶中，作為內部標準原液。臨用時精確量取內部標準原液 5 mL ，以1%硝酸溶液定容至 50 mL ，移入儲存瓶中，作為內部標準溶液（含銻 $1 \mu\text{g/mL}$ 及金 $10 \mu\text{g/mL}$ ）。

■ 標準溶液之配製：

- 精確量取鉛、銅、鎘、砷及汞標準品各 1 mL ，共置於 100 mL 容量瓶中，以1%硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，加入內部標準溶液，以1%硝酸溶液定容稀釋至 $1 \sim 10 \text{ ng/mL}$ （含銻 10 ng/mL 及金 100 ng/mL ），移入儲存瓶中，供作標準溶液。

■ 檢液之調製：

- 取檢體約0.2~0.5 g，精確稱定，置於高壓微波消化瓶中，加入硝酸 6 mL及過氧化氫 1.5 mL，置於微波消化裝置內消化，消化完成後，加入內部標準溶液0.2 mL，以去離子水定容至 20 mL，供作檢液。

■ 檢量線製作：

- 將一系列濃度的標準溶液分別導入感應耦合電漿質譜儀中測定，並製作檢量線。

檢品溶液的定量

- 取檢液導入感應耦合電漿質譜儀中測定，代入檢量線中，並依下列計算式求出檢體中鉛、鎘、砷及汞之含量(ppm)。

- 檢體中鉛、銅、鎘、砷及汞之含量(ppm) =
$$\frac{C \times V}{M \times 1000}$$
 - C：由檢量線求得檢液中鉛、銅、鎘、砷及汞之濃度 (ng/mL)
 - V：檢體最後定容之體積(mL)
 - M：檢體之重量(g)



■ 優點

- 本方法具有快速、靈敏及精密的分析特性，可同時偵測多種元素。
- 感應耦合電漿質譜法的靈敏度對大部分的元素都比石墨爐式原子吸收光譜法或火焰式原子吸收光譜法為佳。

■ 缺點

- 有同質量元素 (isobaric element) 及複合離子 (complex ion) 的干擾問題。
- 此干擾原因主要來自不同的元素在電漿激發源中離子化時，形成具有相同的質量/電荷比的離子所致。
- 此種干擾一般可使用數學校正或DRC其他方法予以消除或克服。

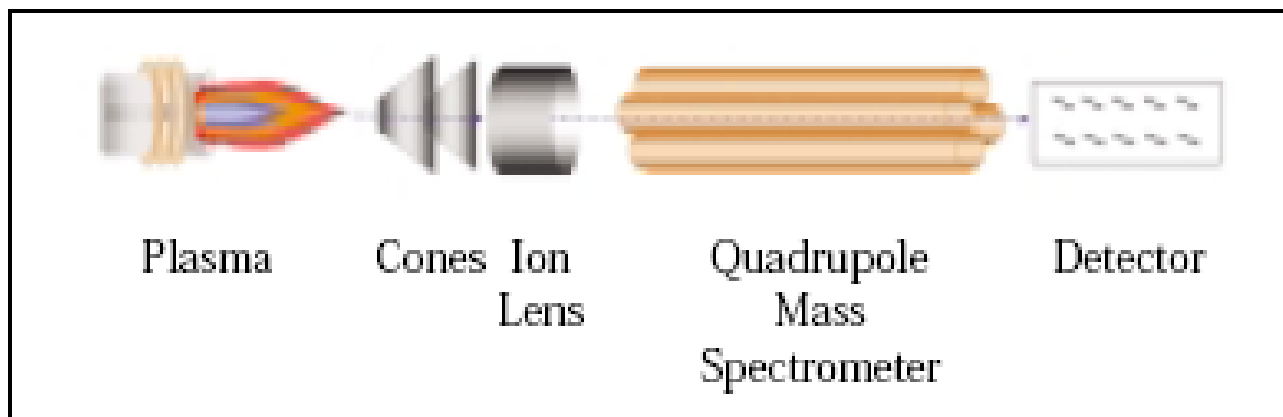


Figure 10. Simplified drawing of a basic ICP-MS system.

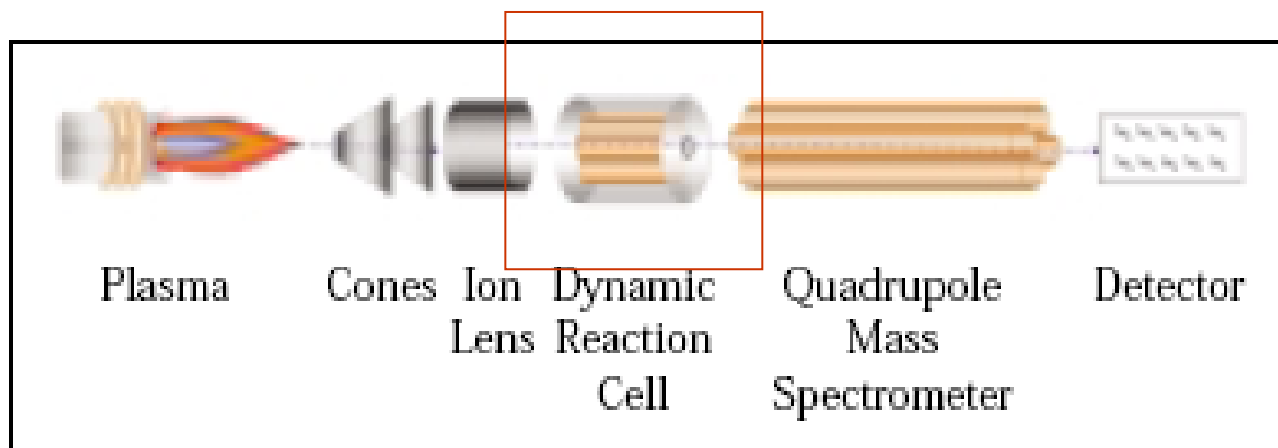


Figure 11. Simplified drawing of a Dynamic Reaction Cell (DRC) ICP-MS system.

總重金屬檢查法（比色法）：

- 本法係檢查藥品中含有遇硫離子即可顯色之重金屬限量之用，以百萬分中含鉛之量表示之。
- 其限量可由檢品溶液與標準鉛溶液作對照試驗以測得之。

一、試劑：

1. 稀醋酸：取冰醋酸60 mL，加水稀釋至100 mL。
2. 鹽酸：本法所用各種濃度之鹽酸，應以試藥鹽酸與水配製之。
3. 氨試液：本法所用之氨試液，其所含重金屬之限量按照正文稀氨溶液篇重金屬檢查法檢查之，不得超過2 ppm。
4. 硫化氫試液：於臨用時製備之。

5. 硝酸鉛溶液：取硝酸鉛159.8 mg溶於稀硝酸(1→100) 100 mL中，加水稀釋至1,000 mL。本溶液配製及貯藏所用之玻璃容器，不得含有可溶性鉛鹽。
6. 標準鉛溶液：
精確量取硝酸鉛溶液10 mL，加水稀釋至100 mL，即得。本溶液每mL含鉛0.01 mg，必須於臨用時配製之。若取本溶液0.1 mL製成對照溶液，然後與檢品1 g所製備成之檢液作對照試驗。如二者所現之顏色深淺相同，則檢品所含重金屬之量相當於檢品每百萬分中含鉛一分，即為1 ppm。

二、對照溶液：

- 精確量取一定量之對照溶液，（其所含鉛量，應與檢品規定之重金屬限量相當。）置50 mL納氏管中，加水稀釋至25mL，加氨試液調整其pH值3.0～4.0之間，加水稀釋至40 mL，混合均勻。

檢品溶液之製備：

- 取檢品1.0 g（如檢品所含重金屬之限量超過30 ppm時，則取500 mg）置坩堝中，加適量硫酸使檢品潤濕，用小火熾灼至充分碳化。加硝酸2 mL及硫酸5滴，小心加熱至不再生白煙，然後於500～600 °C熾灼至碳分完全消失。
- 放冷，加稀鹽酸(1→2) 4 mL，蓋妥，置沸水鍋上溫漬十五分鐘，除蓋，蒸乾，殘渣中加鹽酸1滴使其潤濕，再加熱水10 mL，浸漬二分鐘。滴加氨試液使對石蕊試紙適呈鹼性反應，加水稀釋成25 mL，再滴加稀醋酸以調整其pH值3.0～4.0之間，必要時過濾之。坩堝及濾器用水10 mL洗淨，洗液與濾液合併，加適量之水使成40 mL，混合均勻。

四、檢查法：

- 將對照溶液及鹼品溶液分置納氏管中，各加以硫化氫試液10 mL混勻，放置五分鐘。然後將二管並立白紙上，由管口向下檢視比較之
- 檢品溶液之色不得較對照溶液之色為深。

總重金屬檢查法（比色法）

■ 優點

□ 設備簡單，操作容易。

■ 缺點

□ 易受檢體基質之干擾。

結語：

- 針對不同重金屬檢驗需求，選擇適當之前處理方法，配合靈敏檢測儀器，可符合中藥材及中藥製劑重金屬限量標準檢測之要求。