

# 101年度中藥製劑重金屬殘留檢驗之能力試驗

江爾雲 李婉嬪 李明鑫 陳惠芳

食品藥物管理署風險管理組

## 摘要

101年度舉辦實驗室對於中藥製劑重金屬檢驗能力試驗，測試樣品係以生化湯為基質，參與測試之實驗室有23家，包括1縣市衛生局及22家民間實驗室。測試結果除以Robust-Z進行判定， $|Z| \leq 2$ 為滿意， $2 < |Z| < 3$ 為應注意， $|Z| \geq 3$ 為不滿意外，其結果為應注意或不滿意者再以回收率進行判定，測試結果介於添加值之80-110%範圍內者評定為「滿意」；介於70-80%或110-120%範圍內，評定為「應注意」；超出此範圍之測試結果，評定為「不滿意」，各項重金屬評定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果。評列為「滿意」有9家(39.1%)，「應注意」有8家(34.8%)，「不滿意」有6家實驗室(26.1%)。本次參加之實驗室為TFDA認證項目者共計9家，其中評列為「不滿意」有3家實驗室，除提供矯正報告，並以盲樣檢體進行複測後已完成改善。透過本次能力試驗，提供實驗室間檢驗技術能力比較之機會，可作為實驗室持續改進其品質管理系統之參考。

**關鍵詞：**能力試驗、生化湯、重金屬

## 前言

近年來使用中藥人口與日俱增，因此其品質及安全也亦受國人注重，中藥材可能因環境因素而含有過量重金屬，民眾若長期攝取，可能危害中樞神經、血液及各器官，導致類阿茲海默氏症、帕金森氏症，甚至有致癌風險<sup>(1,2)</sup>，顯示食用受到重金屬污染之中藥材，有顯著危害國民健康，因此其檢測項目更顯重要。重金屬砷、鉛、汞、鎘在美國毒物暨疾病登記署(Agency for Toxic Substance and Disease Registry, ATSDR)之2011年有害物質排行榜中分別名列第1、2、3、7名<sup>(3)</sup>，攝取過量鉛會使腎、肝、心臟、神經系統受損。進入人體之鉛極易穿透胎盤屏障影響人體生殖及胎兒的發育，引起流產、畸形等<sup>(4)</sup>；鎘吸入或經口攝取均能引起中毒，於39年發生在日本富山縣之痛痛病，其為重金屬鎘污染灌溉水源，當地居

民食入含鎘農作物而中毒，導致骨骼軟化及腎功能衰竭等症狀<sup>(5)</sup>；汞在日本曾造成水俣病，無機汞主要損害腎臟，有機汞則危害中樞神經系統；砷會對皮膚、神經系統等造成危害，對人體之致癌性已被證實<sup>(6)</sup>。

國內中藥材皆以進口為主要來源，藥材品質掌控不易，為避免中藥材含有重金屬而危害國民健康，行政院衛生署已訂定中藥材之重金屬限量標準之規定<sup>(7-10)</sup>，顯示重金屬對人體健康有顯著危害，更顯其檢測之重要性。

為了解政府機關及民間實驗室等有關中藥製劑重金屬檢測能力，TFDA於101年舉辦中藥製劑重金屬能力試驗，藉以評估實驗室對於中藥製劑重金屬的檢驗能力。針對測試結果不滿意之實驗室，請實驗室自行矯正，以提升實驗室之檢驗能力。

## 材料與方法

### 一、測試日期及參與之實驗室

本能力試驗係於101年6月5日將檢體分別送至參加實驗室，計有23家實驗室，測試時間為期2周，參與實驗室北區12家、中區2家及南區9家。

### 二、試驗特性及設計

(一)本試驗以生化湯為基質，每瓶測試樣品內含4種重金屬(鉛、鎘、汞及砷)，每種重金屬含不同濃度並將其分為2組，每間實驗室會分配到2組(1瓶/組)測試樣品及1瓶空白樣品。樣品編號以隨機編碼分配，並隨測試樣品附上說明書<sup>(11-13)</sup>。

(二)參與本能力試驗計畫實驗室之安排，以實驗室位處地點為區隔方式，以北、中、南區域交錯方式隨機分配次序，各實驗室均以代碼表示，對外一律保密，且實驗室會個別接到能力試驗總體表現報告。

### 三、樣品配製及運送

(一)樣品之配製

取中藥製劑生化湯加入硝酸調整pH值小於2以下，混合均勻，用離心機離心後取上層澄清液體作為基質，分別配製成下列3種不同濃度之測試樣品：

1. 測試樣品I：分別於鉛、鎘、汞及砷(廠牌Merck/ ICP/MS等級，濃度10 mg/mL) 1000 µg/mL標準溶液中取4600 µL、1100 µL、1200 µL及3500 µL，加入900 mL生化湯基質後混合均勻，並以生化湯基質定量至1000 g作為測試樣品I。
2. 測試樣品II：分別於鉛、鎘、汞及砷(廠牌Merck/ ICP/MS等級，濃度10 mg/mL) 1000µg/mL標準溶液中取6800 µL、1100 µL、1100 µL及5600 µL，加入900 mL生化湯基質後混合均勻，並以生化湯基質定量至1000 g作為測試樣品II。

(二)樣品均一性及穩定性評估

樣品於舉辦本試驗前一日配製完畢，由配製

日起貯存1天、1週、2週及4週，評估其均一性與穩定性，以變異係數10%為合格標準。

(三)運送

隨機取樣2個不同編號之樣品，並附能力試驗說明書、能力試驗紀錄表及樣品領收回函表，由宅急便運送方式統一配送至各實驗室，實驗室收到樣品後應儘速進行測試。

### 四、測試方法

樣品測試方法依據各實驗室之中藥重金屬檢驗標準作業程序檢驗。

### 五、統計方法與結果

本次辦理中藥製劑重金屬殘留檢驗分析能力試驗，除以Robust-Z進行判定外，其結果為應注意或不滿意者再參考美國FDA資料<sup>(14)</sup>，以回收率進行判定，測試結果介於添加值之80-110%範圍內者判定為「滿意」；介於70-80%或110-120%範圍內，判定為「應注意」；超出以上之測試結果，判定為「不滿意」。各項重金屬判定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果。

(一)以Robust-Z值進行統計，評估實驗室間之表現。其判定基準為： $|Z| \leq 2$ 為滿意， $2 < |Z| < 3$ 為應注意， $|Z| \geq 3$ 為不滿意。

Robust-Z值 = (測試值 - 中位數) / 常態化四分位全距

名詞解釋及計算公式：

1. 中位數(Median)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於1/2處之值
2. 低四分位數(Q1)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於1/4處之值
3. 高四分位數(Q3)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於3/4處之值
4. 四分位全距(IQR)：Q3-Q1
5. 常態化四分位全距(mIQR)：IQR × 0.7413
6. 變異係數(CV%)：(標準差/平均值) × 100

(二)以回收率進行統計

回收率 = 測試結果 / 添加值 × 100%

1. 介於80-110%為「滿意」

2. 介於70-80%或110-120%為「應注意」
3. 低於70%或高於120%為「不滿意」

(三) Youden圖

製作方式為同一實驗室之2組測試樣品結果，以其中一個樣品之測試結果為縱軸，另一個樣品之測試結果為橫軸，得到一個點，再將所有實驗室之測試結果標示於圖上，以95%信賴區間做出橢圓圖形即為Youden圖，位於橢圓圖形外之實驗室，其可能存在系統或隨機誤差。

結果與討論

本次中藥製劑重金屬殘留檢驗分析能力試驗，共有23家實驗室參加，以生化湯為基質，添加4種不同濃度之重金屬(鉛、鎘、汞及砷)，每個實驗室收到2瓶測試樣品及1瓶空白樣品。

一、樣品均一性及穩定性

樣品配製完畢，儲存於4°C保存，並參考重金屬檢驗方法總則<sup>(15)</sup>，進行均一性與穩定性評估(表一)。由配製日至貯存1天後，三重複之測試結果，其變異係數皆小於2.8%，顯示添加之重金屬-鉛、鎘、汞及砷於生化湯基質中均一性良好，而貯存4週後變異係數皆小於8.4%，顯示添加之重金屬在生化湯基質中穩定性良好。

二、各實驗室測試結果

(一) 鉛(表二)

1. 測試樣品I：測試結果介於未檢出-7.40 ppm，Robust-Z值介於-2.60-6.20，其中實驗室代碼02、16、20及24再以回收率進行判定仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔82.6%。
2. 測試樣品II：測試結果介於4.10-9.30 ppm，Robust-Z值介於-4.04-5.96，其中實驗室代

表一、能力試驗添加樣品均一性及穩定性測試結果

儲存時間	方法 種類	I				II			
		鉛	鎘	汞	砷	鉛	鎘	汞	砷
貯存1天 均一性	Mean	4.58	1.14	1.18	3.48	6.88	1.07	1.11	5.62
	SD	0.08	0.03	0.02	0.03	0.08	0.03	0.03	0.04
	CV%	1.7%	2.7%	1.7%	0.9%	1.1%	2.7%	2.8%	0.7%
貯存1天 穩定性	Mean	4.62	1.14	1.17	3.47	6.88	1.07	1.11	5.62
	SD	0.04	0.03	0.03	0.01	0.08	0.03	0.03	0.04
	CV%	0.9%	2.3%	2.6%	0.2%	1.1%	2.7%	2.8%	0.7%
貯存1週 穩定性	Mean	4.77	1.03	0.99	3.41	6.71	0.99	0.97	5.30
	SD	0.06	0.02	0.02	0.02	0.20	0.01	0.01	0.19
	CV%	1.2%	1.5%	1.7%	0.5%	2.9%	1.0%	0.6%	3.6%
貯存2週 穩定性	Mean	4.61	1.12	1.16	3.41	6.82	1.09	1.11	5.58
	SD	0.02	0.01	0.03	0.06	0.18	0.01	0.04	0.14
	CV%	0.3%	0.5%	2.2%	1.6%	2.6%	0.9%	3.7%	2.5%
貯存4週 穩定性	Mean	4.62	1.14	1.17	3.47	6.29	1.01	0.96	5.10
	SD	0.04	0.03	0.03	0.01	0.14	0.03	0.02	0.11
	CV%	0.9%	2.3%	2.6%	0.2%	2.3%	2.8%	2.2%	2.2%
貯存1週至4週 穩定性	Mean	4.68	1.09	1.09	3.43	6.70	1.04	1.02	5.42
	SD	0.08	0.05	0.09	0.04	0.25	0.04	0.07	0.23
	CV(%)	1.8%	4.9%	8.4%	1.1%	3.7%	4.2%	7.3%	4.2%

表二、重金屬(鉛)樣品測試結果

實驗室代碼	測試樣品-I				測試樣品-II			
	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果
K-01	4.25	-0.10	—	○	6.84	1.23	—	○
K-02*	3.00	-2.60	65.2	△	4.90	-2.50	72.1	△
K-03	3.70	-1.20	—	○	5.80	-0.77	—	○
K-04*	5.30	2.00	—	○	8.00	3.46	117.6	△
K-06	4.00	-0.60	—	○	5.90	-0.58	—	○
K-07	4.90	1.20	—	○	7.10	1.73	—	○
K-08	5.00	1.40	—	○	6.30	0.19	—	○
K-10	4.80	1.00	—	○	6.50	0.58	—	○
K-11	4.50	0.40	—	○	6.30	0.19	—	○
K-12	3.90	-0.80	—	○	5.80	-0.77	—	○
K-13	4.30	0.00	—	○	6.30	0.19	—	○
K-14	4.20	-0.20	—	○	5.90	-0.58	—	○
K-15	4.40	0.20	—	○	6.10	-0.19	—	○
K-16*	未檢出	—	—	●	5.10	-2.12	75.0	△
K-17	4.30	0.00	—	○	6.20	0.00	—	○
K-18	4.30	0.00	—	○	6.20	0.00	—	○
K-19	4.30	0.00	—	○	6.20	0.00	—	○
K-20*	7.40	6.20	160.9	●	9.30	5.96	136.8	●
K-21	4.40	0.20	—	○	6.50	0.58	—	○
K-22	4.40	0.20	—	○	6.50	0.58	—	○
K-23	3.70	-1.20	—	○	5.60	-1.15	—	○
K-24*	6.20	3.80	134.8	●	4.10	-4.04	60.3	●
K-25	3.70	-1.20	—	○	5.50	-1.35	—	○
Median		4.30				6.20		
Q3		4.73				6.50		
Q1		4.05				5.80		
IQR		0.68				0.70		
nIQR		0.50				0.52		

註：

(一)Robust-Z值判定方式

1.  $|Z| \leq 2.0$  為滿意， $2.0 < |Z| < 3.0$  為應注意， $|Z| \geq 3.0$  為不滿意
2. Median 為中位數；Q3 為高四分位數；Q1 為低四分位數；IQR 為四分位全距；nIQR 為常態化四分位全距

(二)\*表以回收率(%)再進行判定，其判定方式

1. 測試結果/添加值  $\times 100\%$
2. 測試樣品 I 添加值為 4.6 ppm；測試樣品 II 添加值為 6.8 ppm
3. 判定方式：回收率介於 80-110% 為「滿意」；介於 70-80% 或 110-120% 為「應注意」；低於 70% 或高於 120% 為「不滿意」；不須再以回收率進行判定者，以「—」表示

(三)判定標準係以 Robust-Z 或回收率擇優者為評定結果。○：滿意；△應注意；●：不滿意

## 101年度中藥製劑重金屬殘留檢驗之能力試驗

碼02、04、16、20及24再以回收率進行判定仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔78.3%。

## (二)鎘(表三)

1. 測試樣品I：測試結果介於0.90-1.40 ppm，Robust-Z值介於-2.86-4.29，其中實驗室代碼02、03、10、14、15、23及25再以回收率進行判定，除實驗室代碼10及15仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔91.3%。
2. 測試樣品II：測試結果介於0.90-1.30 ppm，Robust-Z值介於-1.43-4.29，其中實驗室代碼04、10、15、19及20再以回收率進行判定，除實驗室代碼10、19及20仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔87.0%。

## (三)汞(表四)

1. 測試樣品I：測試結果介於0.70-2.50 ppm，Robust-Z值介於-2.00-10.00，其中實驗室代碼10及20再以回收率進行判定仍為不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔91.3%。
2. 測試樣品II：測試結果介於0.70-2.30 ppm，Robust-Z值介於-2.86-20.00，其中實驗室代碼04、08、10、14及20再以回收率進行判定，除實驗室代碼08、10、14及20仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔82.6%。

## (四)砷(表五)

1. 測試樣品I：測試結果介於未檢出-6.80 ppm，Robust-Z值介於-5.19-6.30，其中實驗室代碼01、12、16、20、21、24及25再以回收率進行判定仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔69.6%。
2. 測試樣品II：測試結果介於1.10-11.00 ppm，Robust-Z值介於-4.94-6.71，其中實驗室代碼01、04、12、20、24及25再以回收率進行判定仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔

73.9%。

本次測試樣品中各重金屬測試結果之摘要表、重複性及回收率摘要表及評定統計表(表六及七)。本次評列為「滿意」之實驗室：鉛78.3%、鎘82.6%、汞82.6%及砷65.2%。

以Youden圖分析(圖一)，各實驗室之4種重金屬成對測試結果，位於橢圓圖形外之實驗室，包括實驗室代碼01、02、04、08、10、11、12、15、19、20、24及25，顯示其可能存在系統或隨機誤差，應予以注意。

綜合以上，實驗室代碼03、06、07、11、13、17、18、22及23在各項重金屬之測試結果皆表現良好，其中實驗室代碼11以Youden圖分析，應注意仍可能存在系統或隨機誤差。實驗室代碼16及24分別在鉛及砷2項重金屬之測試結果表現不滿意；實驗室代碼10在鎘及汞2項重金屬之測試結果表現不滿意；實驗室代碼01及04在砷之測試結果表現不滿意，實驗室應提升各別重金屬之檢測能力；實驗室代碼20超過3項以上重金屬之測試結果表現不滿意，顯示實驗室其中藥重金屬檢驗分析能力應待加強。

TFDA曾於99年辦理中藥重金屬(鉛、銅、鎘、汞及砷)檢測能力試驗，以水生植物及地衣苔為基質，參加之實驗室共29家，評列為滿意者佔4成以上，101年度TFDA再次舉辦該項能力試驗，以生化湯為基質，添加不同濃度重金屬(鉛、鎘、汞及砷)作為測試樣品，本次能力試驗參加實驗室23家之測試結果，評列為滿意者佔3成以上，其中為TFDA認證項目者共計9家，其中有3家不滿意。依TFDA「食品藥物化粧品實驗室認證作業程序」規定針對評列為「不滿意」之認證實驗室，如經複測亦不滿意，將廢止該品項認證。本次除請不滿意之實驗室提供矯正報告，並以盲樣檢體進行複測後均已完成改善。

TFDA將持續藉由舉辦不同品項之能力試驗，以掌握實驗室之檢驗品質，期透過能力試驗提供實驗室間在檢驗技術能力相互比較之機會，作為實驗室持續改進其品質管理系統之參考，並兼具輔助監督管理實驗室之雙重功能。

表三、重金屬(銅)樣品測試結果

實驗室代碼	測試樣品-I				測試樣品-II			
	測試結果(ppm)	Robust-Z	回收率(%)	評定結果	測試結果(ppm)	Robust-Z	回收率(%)	評定結果
K-01	1.10	0.00	—	○	1.05	0.71	—	○
K-02*	0.90	-2.86	81.8	○	0.90	-1.43	—	○
K-03*	0.90	-2.86	81.8	○	0.90	-1.43	—	○
K-04*	1.10	0.00	—	○	1.20	2.86	109.1	○
K-06	1.00	-1.43	—	○	1.00	0.00	—	○
K-07	1.10	0.00	—	○	1.10	1.43	—	○
K-08	1.00	-1.43	—	○	1.00	0.00	—	○
K-10*	1.40	4.29	127.3	●	1.30	4.29	118.2	△
K-11	1.10	0.00	—	○	1.00	0.00	—	○
K-12	1.20	1.43	—	○	1.10	1.43	—	○
K-13	1.10	0.00	—	○	1.00	0.00	—	○
K-14*	0.90	-2.86	81.8	○	0.90	-1.43	—	○
K-15*	1.30	2.86	118.2	△	1.20	2.86	109.1	○
K-16	1.00	-1.43	—	○	1.00	0.00	—	○
K-17	1.00	-1.43	—	○	1.00	0.00	—	○
K-18	1.10	0.00	—	○	1.00	0.00	—	○
K-19*	1.20	1.43	—	○	1.30	4.29	118.2	△
K-20*	1.20	1.43	—	○	1.30	4.29	118.2	△
K-21	1.00	-1.43	—	○	1.00	0.00	—	○
K-22	1.10	0.00	—	○	1.00	0.00	—	○
K-23*	0.90	-2.86	81.8	○	0.90	-1.43	—	○
K-24	1.00	-1.43	—	○	1.00	0.00	—	○
K-25*	0.90	-2.86	81.8	○	0.90	-1.43	—	○
Median		1.10				1.00		
Q3		1.10				1.10		
Q1		1.00				1.00		
IQR		0.10				0.10		
nIQR		0.07				0.07		

註：

(一)Robust-Z值判定方式

1.  $|Z| \leq 2.0$  為滿意,  $2.0 < |Z| < 3.0$  為應注意,  $|Z| \geq 3.0$  為不滿意

2. Median 為中位數; Q3 為高四分位數; Q1 為低四分位數; IQR 為四分位全距; nIQR 為常態化四分位全距

(二)\*表以回收率(%)再進行判定, 其判定方式

1. 測試結果/添加值  $\times 100\%$

2. 測試樣品I添加值為1.1 ppm; 測試樣品II 添加值為1.1 ppm

3. 判定方式: 回收率介於80-110%為「滿意」; 介於70-80%或110-120%為「應注意」; 低於70%或高於120%為「不滿意」; 不須再以回收率進行判定者, 以「—」表示。

(三)判定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果。○:滿意; △:應注意; ●:不滿意

101年度中藥製劑重金屬殘留檢驗之能力試驗

表四、重金屬(汞)樣品測試結果

實驗室代碼	測試樣品-I				測試樣品-II			
	測試結果(ppm)	Robust-Z	回收率(%)	評定結果	測試結果(ppm)	Robust-Z	回收率(%)	評定結果
K-01	0.98	-0.13	—	○	0.96	0.86	—	○
K-02	1.10	0.67	—	○	1.00	1.43	—	○
K-03	1.00	0.00	—	○	0.90	0.00	—	○
K-04*	1.10	0.67	—	○	1.10	2.86	100.0	○
K-06	0.90	-0.67	—	○	0.80	-1.43	—	○
K-07	1.00	0.00	—	○	0.90	0.00	—	○
K-08*	0.70	-2.00	—	○	0.70	-2.86	63.6	△
K-10*	1.50	3.33	125.0	●	1.40	7.14	127.3	●
K-11	1.10	0.67	—	○	0.90	0.00	—	○
K-12	0.90	-0.67	—	○	0.90	0.00	—	○
K-13	0.80	-1.33	—	○	0.90	0.00	—	○
K-14*	0.70	-2.00	—	○	0.70	-2.86	63.6	△
K-15	1.20	1.33	—	○	1.00	1.43	—	○
K-16	1.00	0.00	—	○	1.00	1.43	—	○
K-17	0.90	-0.67	—	○	0.90	0.00	—	○
K-18	1.00	0.00	—	○	1.00	1.43	—	○
K-19	0.90	-0.67	—	○	0.90	0.00	—	○
K-20*	2.50	10.00	208.3	●	2.30	20.00	209.1	●
K-21	1.10	0.67	—	○	1.00	1.43	—	○
K-22	1.00	0.00	—	○	1.00	1.43	—	○
K-23	1.00	0.00	—	○	1.00	1.43	—	○
K-24	0.80	-1.33	—	○	0.80	-1.43	—	○
K-25	0.80	-1.33	—	○	0.80	-1.43	—	○
Median		1.00				0.90		
Q3		1.10				1.00		
Q1		0.90				0.90		
IQR		0.20				0.10		
nIQR		0.15				0.07		

註：

(一)Robust-Z值判定方式

1.  $|Z| \leq 2.0$ 為滿意， $2.0 < |Z| < 3.0$ 為應注意， $|Z| \geq 3.0$ 為不滿意

2. Median為中位數；Q3為高四分位數；Q1為低四分位數；IQR為四分位全距；nIQR為常態化四分位全距

(二)\*表以回收率(%)再進行判定，其判定方式

1. 測試結果/添加值  $\times 100\%$

2. 測試樣品I添加值為1.2 ppm；測試樣品II添加值為1.1 ppm

3. 判定方式：回收率介於80-110%為「滿意」；介於70-80%或110-120%為「應注意」；低於70%或高於120%為「不滿意」；不須再以回收率進行判定者，以「—」表示

(三)判定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果。○:滿意；△:應注意；●:不滿意

表五、重金屬(砷)樣品測試結果

實驗室代碼	測試樣品-I				測試樣品-II			
	測試結果(ppm)	Robust-Z	回收率(%)	評定結果	測試結果(ppm)	Robust-Z	回收率(%)	評定結果
K-01*	6.03	4.87	172.3	●	8.95	4.29	159.8	●
K-02	3.10	-0.56	—	○	5.60	0.35	—	○
K-03	3.10	-0.56	—	○	4.80	-0.59	—	○
K-04*	6.80	6.30	—	○	11.00	6.71	196.4	●
K-06	3.40	0.00	—	○	5.60	0.35	—	○
K-07	3.50	0.19	—	○	5.70	0.47	—	○
K-08	3.10	-0.56	—	○	5.30	0.00	—	○
K-10	4.00	1.11	—	○	5.30	0.00	—	○
K-11	3.70	0.56	—	○	6.30	1.18	—	○
K-12*	2.00	-2.59	57.1	△	3.00	-2.71	53.6	△
K-13	2.90	-0.93	—	○	4.70	-0.71	—	○
K-14	3.60	0.37	—	○	5.80	0.59	—	○
K-15	3.60	0.37	—	○	5.10	-0.24	—	○
K-16*	未檢出	—	—	●	4.50	-0.94	—	○
K-17	3.90	0.93	—	○	6.50	1.41	—	○
K-18	3.40	0.00	—	○	5.30	0.00	—	○
K-19	3.20	-0.37	—	○	5.20	-0.12	—	○
K-20*	0.60	-5.19	17.1	●	1.10	-4.94	19.6	●
K-21*	2.30	-2.04	65.7	△	4.30	-1.18	—	○
K-22	3.60	0.37	—	○	6.00	0.82	—	○
K-23	2.90	-0.93	—	○	4.70	-0.71	—	○
K-24*	5.10	3.15	145.7	●	3.20	-2.47	57.1	△
K-25*	2.10	-2.41	60.0	△	3.20	-2.47	57.1	△
Median		3.40				5.30		
Q3		3.68				5.75		
Q1		2.95				4.60		
IQR		0.73				1.15		
nIQR		0.54				0.85		

註：

(一)Robust-Z值判定方式

1.  $|Z| \leq 2.0$  為滿意， $2.0 < |Z| < 3.0$  為應注意， $|Z| \geq 3.0$  為不滿意

2. Median 為中位數；Q3 為高四分位數；Q1 為低四分位數；IQR 為四分位全距；nIQR 為常態化四分位全距

(二)\*表以回收率(%)再進行判定，其判定方式

1. 測試結果/添加值  $\times 100\%$

2. 測試樣品 I 添加值為 3.5 ppm；測試樣品 II 添加值為 5.6 ppm

3. 判定方式：回收率介於 80-110% 為「滿意」；介於 70-80% 或 110-120% 為「應注意」；低於 70% 或高於 120% 為「不滿意」；不須再以回收率進行判定者，以「—」表示

(三)判定標準係以 Robust-Z 或回收率擇優者為評定結果。○:滿意；△應注意；●:不滿意

101年度中藥製劑重金屬殘留檢驗之能力試驗

表六、測試樣品中各重金屬測試結果、重複性及回收率之摘要統計

測試樣品	參加數	重金屬測試結果		
		最小值(ppm)	最大值(ppm)	
I	23	鉛	未檢出	7.40
		鎘	0.90	1.40
		汞	0.70	2.50
		砷	未檢出	6.80
II		鉛	4.10	9.30
		鎘	0.90	1.30
		汞	0.70	2.30
		砷	1.10	11.00

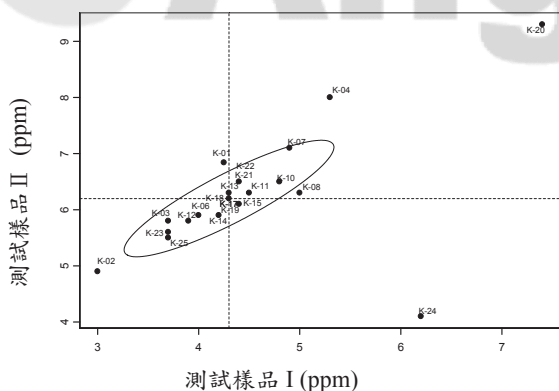
表七、各實驗室之測試結果評定統計

測試樣品	評定結果	添加值 (ppm)	滿意家數(%)	應注意家數(%)	不滿意家數(%)
I	鉛	4.6	19 (82.6)	1 (4.3)	3 (13.0)
	鎘	1.1	21 (91.3)	1 (26.1)	1 (4.3)
	汞	1.2	21 (91.3)	0	2 (8.7)
	砷	3.5	16 (69.6)	3 (13.0)	4 (17.4)
II	鉛	6.8	18 (78.3)	3 (13.0)	2 (8.7)
	鎘	1.1	20 (87.0)	3 (13.0)	0
	汞	1.1	19 (82.6)	2 (8.7)	2 (8.7)
	砷	5.6	17 (73.9)	3 (13.0)	3 (13.0)
各項重金屬總結果	鉛		18 (78.3)	2 (8.7)	3 (13.0)
	鎘		19 (82.6)	3 (13.0)	1 (4.3)
	汞		19 (82.6)	2 (8.7)	2 (8.7)
	砷		15 (65.2)	3 (13.0)	5 (21.7)
總結果			9 (39.1)	8 (34.8)	6 (26.1)

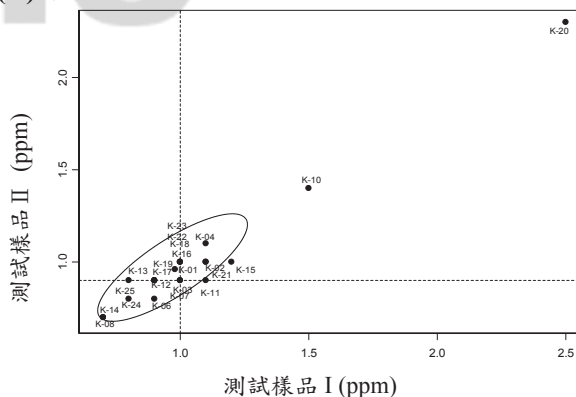
參考文獻

1. International Occupational Safety and Health Information Centre. Metals. 1999. In Basics of Chemical Safety. Chapter 7. Sep. International Labour Organization, Geneva.
2. Ernst, E. and Thompson, C. J. 2001. Heavy metals in traditional Chinese medicines: a systematic review. Clin. Pharmacol. Ther. 70(6): 497-504.
3. U.S. ATSDR. 2011. CERCLA priority list of hazardous substances. [<http://www.atsdr.cdc.gov/SPL/index.html>].
4. 謝彭生編譯。1984。化粧品衛生試驗法注解(增訂第二版)。225-234頁。供學出版社，台南。
5. 廖芳陞。2009。與水污染相關的疾病。科學發展，438: 26-31。
6. 行政院環境保護署環境衛生及毒物管理處。2006。安全飲用水手冊。第四版。81-90頁，行政院環境保護署，台北。

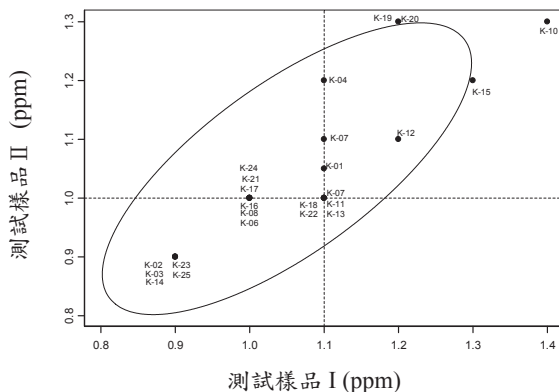
(A) 鉛



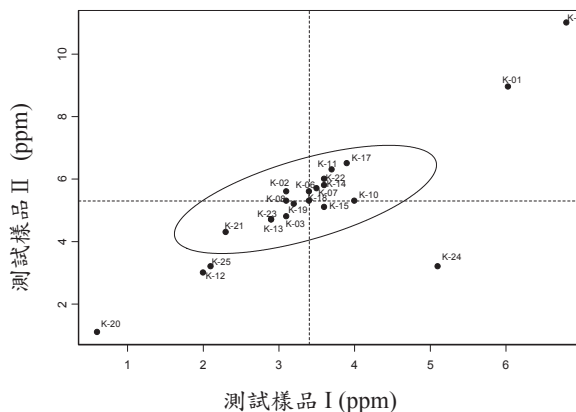
(C) 汞



(B) 鎘



(D) 砷



圖一、測試結果之Youden圖

7. 行政院衛生署中華藥典中藥集編修小組。2004。中華中藥典。第一版。行政院衛生署，台北。
8. 行政院衛生署。2004。杜仲等七種中藥材之重金屬限量標準及其相關規定。93.01.13署授藥字第0930000211號公告。
9. 行政院衛生署。2006。中藥藥材污穢物質限量。95.11.10署授藥字第0950003346號公告。
10. 行政院衛生署。2009。地龍等中藥藥材含污穢物質之限量。98.07.22署授藥字第0980001932號公告。
11. ISO. 2010. Conformity assessment—General requirements for proficiency testing. ISO/IEC 17043. [[http://www.iso.org/iso/catalogue\\_detail](http://www.iso.org/iso/catalogue_detail).

[htm?csnumber=29366](http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm?csnumber=29366)].

12. NATA. 2012. Guide to Proficiency Testing. Australia. [<http://www.pta.asn.au/documents/PTPM-01-1-04-Guide-to-Proficiency-Testing-Australia.pdf>].
13. 行政院衛生署食品藥物管理局。2010。能力試驗標準作業程序。
14. U.S. Food and Drug Administration. 2009. Guidance for Industry: Recommendations for Submission of Chemical and Technological Data for Direct Food Additive Petitions. [<http://goo.gl/zisrG>].
15. 行政院衛生署。2011。重金屬檢驗方法總則。100.10.31署授食字第1001903783號公告。

# Results of Proficiency Testing in 2012: Heavy Metals in Chinese Herbal Formulations

ERH-YUN CHIANG, WAN-CHEN LEE, MING-SHIN LEE AND  
HWEI-FANG CHENG

Division of Risk Management, FDA

## ABSTRACT

A proficiency test was held in 2012 in order to understand the analytical competence of laboratories in testing for heavy metals in Chinese herbal formulations. The formulations used as the test materials were consistent and effective in terms of homogeneity and stability. A total of 23 laboratories participated in the test. The analytical results were graded using Robust-Z and recovery statistics. The three grading categories of Robust-Z were as follows:  $|Z| \leq 2$  was “satisfactory”,  $2 < |Z| < 3$  was “acceptable” and  $|Z| \geq 3$  was “unsatisfactory”. The results of spiking experiments were categorized as follows: 80-110% recovery was “satisfactory”, 70-80% or 110-120% recovery was “acceptable” and  $< 70\%$  or  $> 120\%$  recovery was “unsatisfactory”. The better of the two results was used. Among the laboratories evaluated, 9, 8 and 6 laboratories were graded as satisfactory, acceptable and unsatisfactory, respectively. Laboratories graded in the category of “unsatisfactory” were required to provide a corrective action report and take a second test. The proficiency test allowed laboratories to monitor and improve their competency and assess their performance in relation to other laboratories.

Key words: proficiency testing, Chinese herbal formulations, heavy metals