

環境衛生用藥硼檢測方法

中華民國 98 年 2 月 24 日環署檢字第 0980016109A 號公告

自中華民國 98 年 6 月 15 日起實施

NIEA D418.02B

一、方法概要

本方法係針對各種不同劑型（如粉劑、片劑、粒劑、塊劑、餌劑及其他劑型等）的硼酸或硼砂環境衛生用藥樣品，以適當的粉碎裝置將樣品粉碎，再進行樣品之震盪、萃取。將所得之萃液，再利用「薑黃素比色法」或「感應耦合電漿原子發射光譜法」定量萃液中硼的濃度，再予換算成環境衛生用藥中硼酸或硼砂之百分比含量（W/W）。

二、適用範圍

本方法適用於環境衛生用藥各類劑型樣品中硼酸或硼砂有效成分的檢驗。

已酸化或已稀釋之樣品水溶液，若使用「感應耦合電漿原子發射光譜法」測定硼元素含量，則需完成方法之相關驗證程序，始可進行樣品之分析。

三、干擾

- (一) 硝酸鹽氮濃度超過 20 mg/L 時，會對硼元素的測定產生干擾。
- (二) 溶劑、試劑及其他樣品處理過程中所用之器皿，皆可能對樣品分析造成誤差及 / 或干擾。為確認檢驗結果的可信度，每次檢驗時必須進行方法空白分析，證明處理過程中未造成干擾。

四、設備

- (一) 天平：可精稱至 0.1 mg。
- (二) 粉碎裝置。
- (三) 蒸發皿：白金或其他不含硼之適當材質製品。
- (四) 超音波振盪器。
- (五) 水浴槽：能設定溫度 55 ± 2 °C 者。
- (六) 分光光度計：波長範圍含蓋 540 nm，1 cm 或 1 cm 以上樣品槽。
- (七) 定量瓶（聚乙烯或不含硼之適當材質）。

五、試劑（所有試劑應貯存於聚乙烯瓶或不含硼之容器）

- (一) 試劑水：比電阻 $\geq 16 M\Omega \cdot cm$ 之純水。
- (二) 鹽酸溶液：10%（v/v）。

- (三) 甲酚紅 (Cresol red) 試紙。
- (四) 薑黃素試劑：在 100 mL 量瓶內，溶解 0.040 g 磨細之薑黃素及 5.0 g 草酸 ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 於 80 mL 95% 乙醇，加入 4.2 mL 濃鹽酸，以 95% 乙醇或異丙醇稀釋至刻度，冷藏於冰箱可穩定約七天。
- (五) 乙醇或異丙醇，95%。
- (六) 硼標準儲備溶液：在 1,000 mL 量瓶內，溶解 0.5716 g 無水硼酸 (H_3BO_3 ，因硼酸於 105 °C 乾燥時會損失重量，故使用 ACS 級硼酸，並將瓶蓋緊以免吸收水氣，不需乾燥處理) 於蒸餾水，稀釋至刻度；1.0 mL 相當於 0.1 mg B。亦可購買經濃度確認並附保存期限說明之市售標準儲備溶液。
- (七) 硼標準溶液：在 1,000 mL 量瓶內，以試劑水稀釋 10.0 mL 硼儲備溶液至刻度；1.0 mL 相當於 0.001 mg B。

六、採樣及保存

採樣時應依據採樣檢測目的，採取足夠供給檢測之樣品數量，並應注意產品之保存期限，避免採取即將過期之樣品；樣品保存期限為該產品之最長有效期限，若該產品無有效期限之標示，則以 180 天為樣品最長保存期限。

樣品為包裝完善且密封完整之環境衛生用藥成品時，以原包裝在室溫保存，唯在包裝拆除後應冷藏保存在 4 ± 2 °C。

七、步驟

環境衛生用藥樣品之製備，需要依據藥劑包裝樣式與待檢測有效成分特性而選擇適當之處理方式。

(一) 樣品處理及測定

1、包裝拆除處理

樣品直接拆除外包裝或依實際情況適當處理，使得具代表性樣品。

- (1) 液劑或漿狀等樣品：經包裝拆除處理後，直接稱取適量樣品。
- (2) 片劑、粒劑、塊劑及餌劑等樣品：先將環境衛生用藥藥劑之外包裝拆除，隨機挑選數個樣品件。再以適當粉碎裝置將樣品粉碎、研磨，供進行樣品處理。

- 2、稱取適量樣品 (註 1)，於適當容器中，以 10% 鹽酸溶液使其溶解，並調整其 pH 值在 0.3 至 0.4，置入超音波震盪至少 30 至 60 分鐘後，經濾紙過濾，再以試劑水稀釋至 100 mL，即得樣品前處理之萃液 (萃液應呈強酸性，pH 值在 0.3 至 0.4，以甲酚紅試紙測定)。

3、以薑黃素比色法執行樣品之測定

- (1) 精取 1.0 mL 或經適當稀釋之前處理萃液 1.0 mL 置於與製備檢量線相同材質、形狀與大小之蒸發皿。
- (2) 加入 4.0 mL 薑黃素試劑，輕輕晃動旋轉蒸發皿，使皿內物充分混合，將蒸發皿置於 55 ± 2 °C 之水浴中（註 2），蒸發至完全乾（約 80 分鐘）。
- (3) 取出冷卻至室溫，加入約 10 mL 95% 乙醇，用聚乙烯棒輕輕攪拌使紅色生成物完全溶解。
- (4) 將溶液移入 25 mL 量瓶，以 95% 乙醇稀釋至刻度（若溶液混濁，過濾之）；在樣品蒸乾後一小時內，以分光光度計在波長 540 nm 下讀取吸光度，由檢量線求得樣品中硼濃度（mg / L）。再予換算此環境衛生用藥樣品中硼酸或硼砂之百分比含量（W / W）。

4、以「感應耦合電漿原子發射光譜法(NIEA M104)」執行樣品中硼元素含量之測定，其相關檢測步驟及品管規定，請依據「感應耦合電漿原子發射光譜法」執行。

(二) 檢量線之製備：

配製一個空白和至少五種不同濃度的檢量線標準溶液，其濃度範圍如 0 至 1.0 mg/L，或其他適當範圍，並依步驟七（一）3、或 4、操作讀取其吸光度。以標準溶液濃度（mg / L）為 X 軸，吸光度為 Y 軸，繪製硼濃度（mg / L）相對於吸光度之檢量線。

八、結果處理

由樣品溶液測得之吸光度，代入檢量線可求得溶液中硼濃度（mg / L），並依下式計算樣品中硼酸（ H_3BO_3 ）或硼砂（ $Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O$ ）之百分比含量（W / W）。

$$B (\%) = \frac{(A/C) \times F \times V}{(W \times 10^6)} \times 100\%$$

$$E (\%) = \frac{(A/D) \times F \times V}{(W \times 10^6)} \times 100\%$$

B：樣品中含硼酸量

E：樣品中含硼砂量

W：樣品稱重（g）

V：前處理完成後定量體積（mL）

F：水浴前處理時樣品稀釋倍數

C：硼酸中硼含量比 $(B/H_3BO_3) = 10.811/61.772 = 0.175$

D：硼砂中硼含量比 $(B \times 4 / Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O) = (10.811 \times 4) / (201.077 + 179.950) = 0.113$

A：樣品中硼之濃度 (mg/L) = A' × F'

A'：由檢量線求得樣品溶液中硼之濃度 (mg/L)

F'：上機時樣品稀釋倍數

九、品質管制

- (一) 於進行樣品之分析步驟前，分析人員須進行試劑空白分析，以確認所有器皿及試劑中無干擾物質。執行每批樣品分析時，須同時進行一方法空白分析，以確認實驗過程無污染。空白樣品之檢測，必須與樣品之製備及測試步驟相同。
- (二) 檢量線：每次樣品分析前應重新製作檢量線，其線性相關係數 (r 值) 應大於或等於 0.995。檢量線製作完成應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認，其相對誤差值應在 ± 15% 以內。
- (三) 檢量線查核：每 10 個樣品及每批次分析結束時，執行一次檢量線查核，以檢量線中間濃度附近的標準溶液進行，其相對誤差值應在 ± 15% 以內。
- (四) 空白樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次空白樣品分析，空白分析值應小於二倍方法偵測極限。
- (五) 重複樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次重複樣品分析，其相對差異百分比應在 20% 以內。
- (六) 查核樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次查核樣品分析，回收率應在 80~120% 範圍內。
- (七) 添加樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次添加樣品分析，其回收率應在 75~125% 範圍內。

十、精密度及準確度

單一實驗室不同批次 (天) 配製含硼查核樣品 (配製值：0.50 mg/L)，將樣品經過超音波震盪萃取等前處理步驟檢測後，再以薑黃素比色法進行分析，其檢測結果見表一。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署環境檢驗所，環境衛生用藥檢測方法 — 樣品製

備法（一），NIEA D901.00B，1999。

- （二）行政院環境保護署環境檢驗所，水質檢測方法，水中硼檢測方法 — 薑黃素比色法，NIEA W404.51A，2003。
- （三）中華民國國家標準 CNS 10949 N6190，2001。
- （四）中華民國國家標準 CNS 5576 K9035，1980。
- （五）American Public Health Association, American Water Works Association & American Public Health Association, American Water Works Association & Water Pollution Control Federation. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed. Method 4500-B B. Curcumin Method, Page 4-21 ~ 22. APHA, Washington, D.C, USA, 1998.

註 1：檢量線樣品與其他樣品應同時檢測。因待測環境衛生用藥樣品皆會先告知硼酸（ H_3BO_3 ）或硼砂（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）之有效成分百分比含量（W/W），故可據此稱取合適的樣品量及預估其大概之樣品稀釋倍數，使樣品待測濃度落在檢量線之中點附近。

註 2：試劑之濃度、用量及蒸發之溫度、時間等，均需小心控制，以確保檢驗之正確性。

註 3：本文引用之公告方法之內容及編碼，以環保署最新公告者為準。

註 4：廢液分類處理原則 — 依一般無機廢液處理。

表一 查核樣品測試結果之精密度與準確度

| 分析值 (mg / L) | 回收率 (%) | 平均回收率 (%) | 標準偏差 (mg / L) | 精密度 (RSD)% |
|-----------------|------------|--------------|------------------|---------------|
| 0.51 | 102 | 99.3 | 0.027 | 5.39 |
| 0.53 | 106 | | | |
| 0.49 | 98 | | | |
| 0.51 | 102 | | | |
| 0.47 | 94 | | | |
| 0.45 | 90 | | | |
| 0.52 | 104 | | | |
| 0.54 | 108 | | | |
| 0.49 | 98 | | | |
| 0.46 | 92 | | | |
| 0.52 | 104 | | | |
| 0.48 | 96 | | | |
| 0.50 | 100 | | | |
| 0.48 | 96 | | | |

註 1：本數據由環保署環境檢驗所測定。

註 2：本研參考樣品（配製值：0.50 mg / L）之檢測結果，係將樣品先經過超音波震盪萃取等前處理檢測後，再以薑黃素比色法進行分析。