

离子色谱法测定中药材中二氧化硫的残留量

韩春霞

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

关键词

离子色谱；中药材；二氧化硫

目标

按照 2015 版中国药典附录二氧化硫残留量测定法第三法（离子色谱法），使用赛默飞离子色谱测定中药材中的二氧化硫。

引言

由于二氧化硫、亚硫酸盐等具有漂白、增白、杀菌、防腐等作用，在药材和饮片的生产加工过程中，为保持特有的色泽，经常加入二氧化硫等作为漂白剂，使其褪色和免于褐变，延长存放时间。

亚硫酸盐少量地摄入对人体无害，但过量会刺激呼吸道粘膜，诱发呼吸道炎症，如气管炎、支气管炎等，哮喘病人尤其敏感，会加重病情甚至导致死亡；还可能造成对脑、心、肝、胃、肠、胸腺、肾、睾丸和骨髓等多种器官的损害。此外，过量熏蒸也会对中药材质量造成一定影响，如使药材的性状发生变化，造成一些成分的含量降低甚至药理活性的降低；此外，由于缺乏相关规范，常使用工业级硫磺熏蒸中药材，可能造成砷等有害元素的次生污染^[1]。

2004 年，国家食品药品监督管理局下发了《关于对中药材采用硫磺熏蒸问题的批复》明确规定：“对于在市场流通领域的部分中药材和中药饮片，通过采用硫磺熏蒸或浸泡达到外观漂白的行为，应按违反《药品管理法》第四十九条、第七十五条的规定进行查处。”从 2005 年 7 月 1 日开始执行的中国药典删除了山药加工中使用硫磺熏蒸的方法，表明所有中药材均不允许使用硫磺熏蒸以漂白、增艳、防虫。2015 版药典对于二氧化硫残留量测定法进行修订，增加了离子色谱法^[2]和气相色谱法。

本实验旨在使用赛默飞离子色谱仪重现 2015 版药典的方法，为用户提供参考。



仪器

Thermo Scientific™ Dionex™ ICS-5000 离子色谱系统

Thermo Scientific™ Dionex™ AS-AP 自动进样器

Thermo Scientific™ Dionex™ Chromeleon™ 色谱工作站

耗材

Thermo Scientific™ Target2™ Nylon Syringe Filters (0.45 μm, 30mm, P/N F2500-1)

一次性使用无菌注射器，1mL (上海治宇医疗器械有限公司)

试剂与标准品

去离子水 (18.2 MΩ-cm, Thermo Scientific™ genPure Pro™ UV-TOC, P/N 50131948)

硫酸根标准溶液 (1000μg/mL)，中国计量科学研究院；

对照品溶液的制备

取硫酸根标准溶液，加水制成每1mL分别含硫酸根1 μ g/mL、5 μ g/mL、20 μ g/mL、50 μ g/mL、100 μ g/mL、200 μ g/mL的溶液。

供试品溶液的制备

按图1所示，精密称取延胡索、附子粗粉各5g，置瓶A中，加水50mL，振摇，使分散均匀，接通水蒸气蒸馏瓶C。吸收瓶B(100ml量瓶)中加入3%过氧化氢溶液20mL作为吸收液，吸收管下端插入吸收液液面以下。加热C瓶，当其中水沸腾稳定后，沿A瓶瓶壁加入5ml盐酸，迅速密塞，开始蒸馏，保持C瓶沸腾并调整蒸馏火力，使吸收管端的馏出液的流出速率约为2ml/min。蒸馏至瓶B中溶液总体积约为95ml，用水洗涤尾接管并将其转移至吸收瓶中，并稀释至刻度，摇匀，放置1小时后，以微孔滤膜滤过，即得。

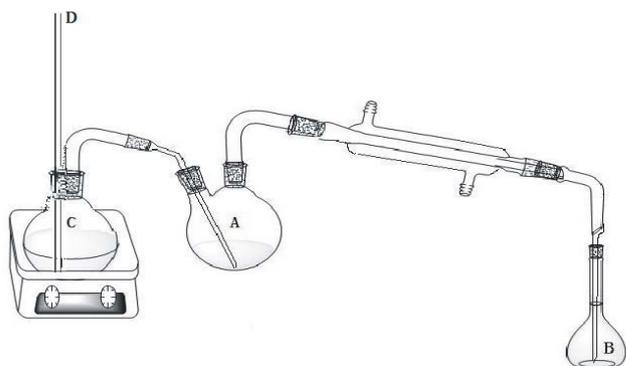


图1. 离子色谱法二氧化硫蒸出装置

A为两颈或三颈烧瓶；B为接收瓶；C为圆底烧瓶；
D为直形长玻璃管

色谱条件

分析柱： Thermo Scientific Dionex AS11-HC, 4x 250 mm
(P/N 082313)
保护柱： Thermo Scientific Dionex AG11-HC, 4x 250 mm
(P/N078034)
淋洗液： 20mM KOH
流速： 1mL/min
进样体积： 10 μ L

柱温： 30 $^{\circ}$ C
检测器： 抑制型电导检测
检测池温度： 35 $^{\circ}$ C
抑制器： AERS500, 4 mm (P/N 085029)
运行时间： 10min

线性与结果

对照品溶液依次进样，得到的标准曲线如表1所示。

表1. 硫酸根标准溶液线性

校正类型	相关系数	截距	斜率
LOff	0.9992	-0.0459	0.0196

对照品溶液与样品溶液分别进样，色谱图如图2所示。

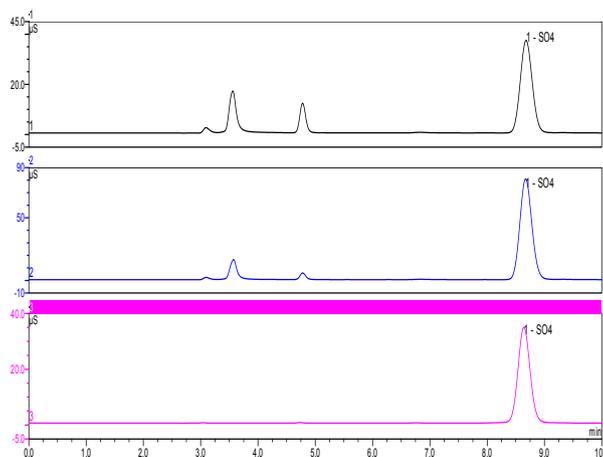


图2. 对照品溶液与供试品溶液图谱

1为延胡索样品；2为附子样品；3为100 μ g/mL对照品溶液

结论

本实验采用赛默飞 ICS-5000 离子色谱系统，参考2015版中国药典中的二氧化硫残留量测定法第三法，测定了两种中药材中的二氧化硫，操作简便，结果可靠。

参考文献

- [1] 孙磊，金红宇，马双成. 中药中二氧化硫残留的检测方法与最大残留限量分析.《中国药品标准》，2012, 13(1)
- [2] 2015版中国药典一部，附录2331

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

免费服务热线：800 810 5118
400 650 5118 (支持手机用户)

ThermoFisher
SCIENTIFIC