

采用 TSKgel 色谱柱参考 2015 年版《中国药典》离子色谱法

分析中药中的二氧化硫残留

二氧化硫
Sulfur dioxide

【前言】

硫磺熏蒸是传统的重要养护和加工方法之一，主要用于难以干燥的中药材的防腐、防霉、防蛀虫，使其便于保存，也有用于饮片的炮制加工环节。丹硫磺熏蒸或浸泡中药材的加工方法会使部分药材及饮片的性状发生改变，并导致药材中残留的二氧化硫等有毒、有害物质。使用我司的离子色谱及色谱柱，参照 2015 版《中国药典》中离子色谱检测方法来测定中药中二氧化硫残留量。

【样品预处理】

按图 1 装置对太子参粗粉进行处理。取供试品太子参粗粉 5 g，精密称定，置瓶 A 中，加水 50 ml，振摇，使分散均匀，接通水蒸气蒸馏瓶 C。吸收瓶 B 中加入 3% 过氧化氢溶液 20 ml 作为吸收液，吸收管下端插入吸收液液面以下。A 瓶中沿瓶壁加入 5 ml 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 2 ml/min。蒸馏至瓶 B 中溶液总体积约为 95 ml，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 h 后，过滤，既得太子参供试品溶液。

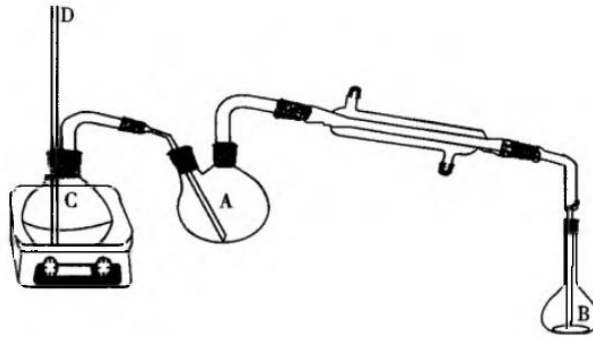


图 1 离子色谱法水蒸气蒸馏装置

【分析条件】

仪器：IC-2010 (TOSOH, Japan)

色谱柱：TSKgel SuperIC-AP

流动相：1.7 mmol/L 碳酸氢钠 + 1.8 mmol/L 碳酸钠

流速：0.8 mL/min

柱温：40 °C

检测器：CM

进样体积：30 μ L

分析结果:

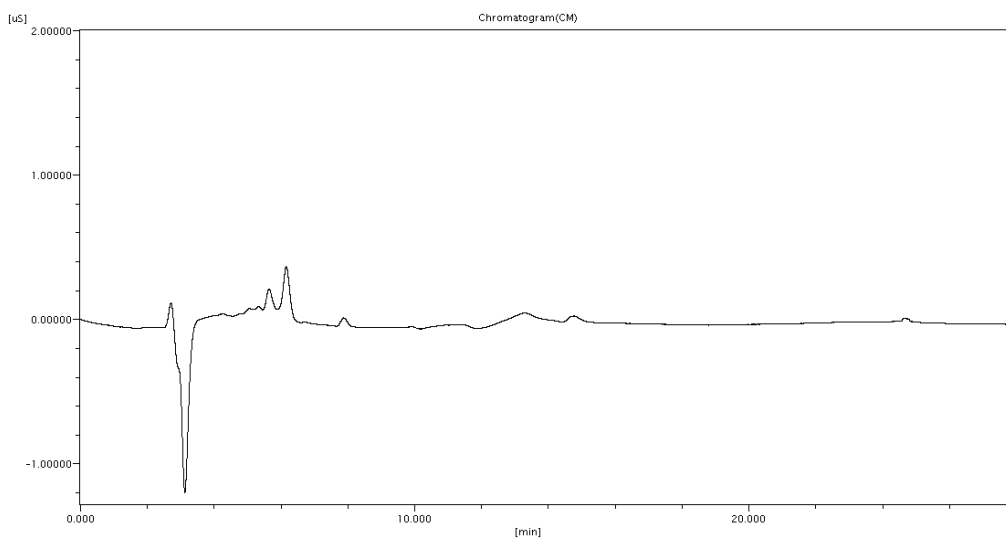


图 2 太子参供试品溶液色谱图

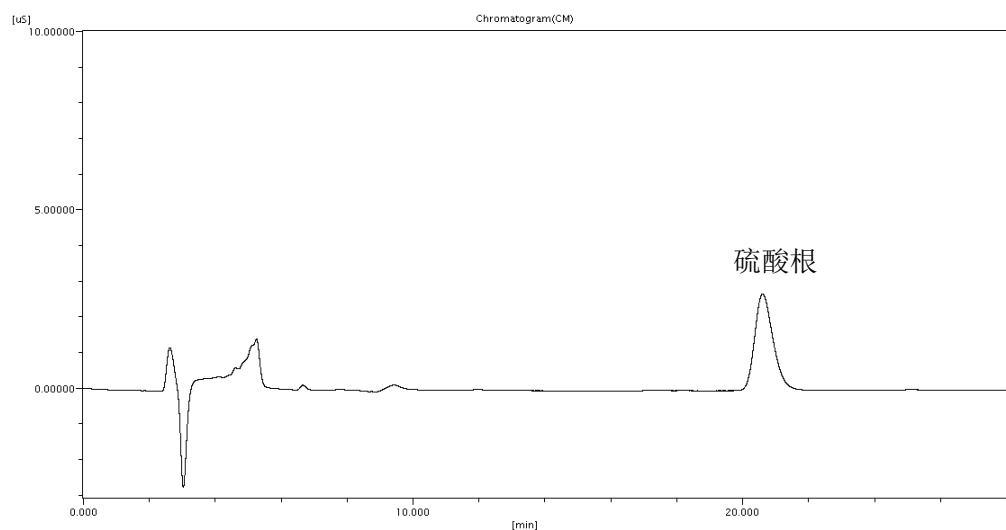


图 3 太子参供试品溶液添加 10 ppm SO₄²⁻ 色谱图

化合物名称	保留时间 (min)	理论塔板数	加标回收率
硫酸根 (Sulfate)	20.602	6599	100.67%

结论:

采用 IC-2010 离子色谱仪和 TSKgel SuperIC-AP 色谱柱, 可以满足 2015 年版《中国药典》离子色谱法分析中药太子参中的二氧化硫残留的要求。