

离子色谱法测定中药材党参中二氧化硫残留量

LC-392

摘要： 本文使用离子色谱仪，建立了中药材党参中二氧化硫残留量的检测方法。本方法参考国家药典委员会发布的《中华人民共和国药典》2020年版四部通则（2331）二氧化硫残留量测定法第三法（离子色谱法），在1 µg/mL~200 µg/mL浓度范围内建立硫酸根校准曲线，硫酸根线性相关系数在0.999以上，线性良好；二氧化硫方法检出限为1.08 mg/kg；重复性实验显示峰面积重复性RSD在0.091%~0.198%之间；加标回收实验结果显示在92.1%~98.3%之间。该方法简单方便，能有效检测中药材党参中的二氧化硫残留量。

关键词： 中药材党参 二氧化硫残留量 离子色谱仪 硫酸根

技术特点：

- ❖ 可应对《中国药典》2020年版四部通则（2331）二氧化硫残留量测定法第三法；
- ❖ 离子色谱法测定硫酸根已达到间接测定二氧化硫残留量，可为其他测定二氧化硫方法的结果提供参考。

硫磺熏蒸，是传统中药生产加工过程中为帮助中药材长期储运，辅助快速干燥，防止发霉变质的常用处理方式。硫磺熏蒸过程中生成的二氧化硫容易残留在药材中。而二氧化硫的毒性，可对人体多种组织器官造成损伤，引发疾病，同时对药材的质量产生一定影响。所以需要中药材二氧化硫残留量进行监测，防止滥用硫磺过度熏蒸的中药材流入市场，保障人们的生命健康安全。

目前，二氧化硫残留量测定可采用离子色谱法检测。本文参考《中华人民共和国药典》2020年版四部通则（2331）二氧化硫残留量测定法第三法（离子色谱法），建立了一套快速、准确分析中药材党参中二氧化硫残留量的检测方法。该方法抗基质干扰能力强、检出限低、重现性好、回收率高，为保障中药材的质量提供依据。

实验部分

1.1 仪器

本文使用岛津 HIC-SP 离子色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-20A	自动进样器：	SIL-20AC
柱温箱：	CTO-20AC	输液泵：	LC-20AD
脱气机：	DGU-20A ₃	检测器：	CDD-10A vp
色谱工作站：	LCsolution Version 6.82		

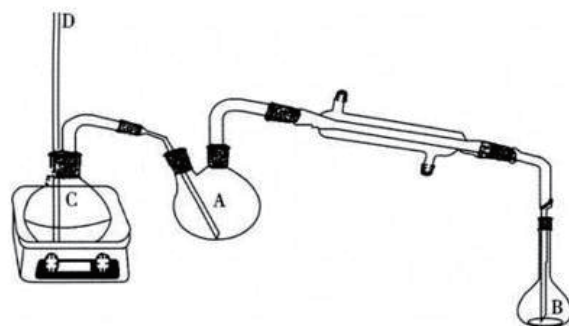
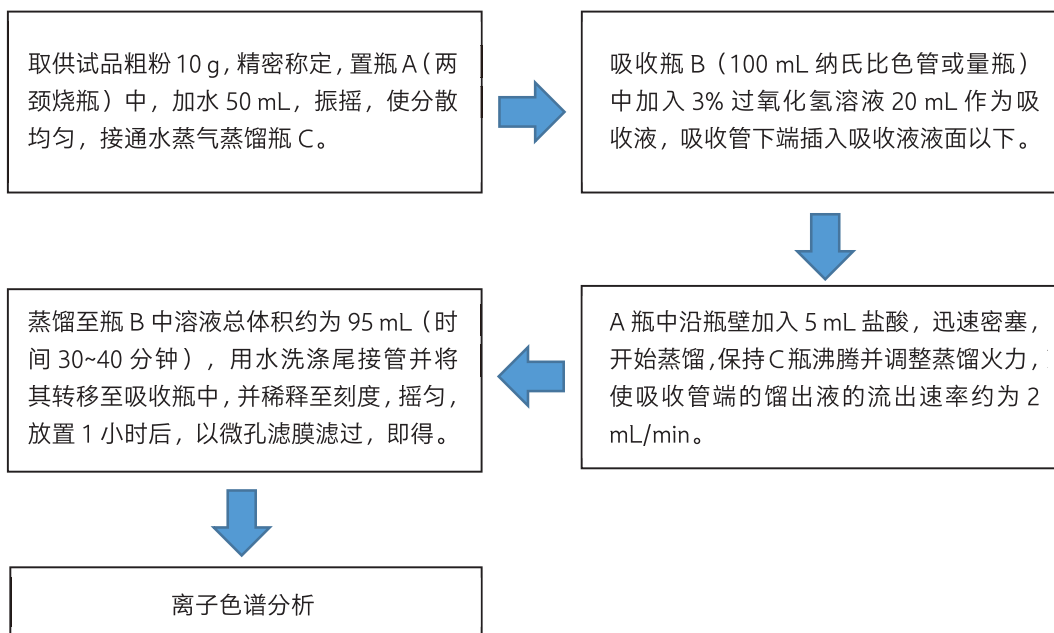
1.2 分析条件

色谱柱：	REEPO-HA1（250 mm × 4.6 mm I.D., 7 µm）		
流动相：	30 mM KOH		
流速：	1 mL/min	柱温：	30°C
进样体积：	10 µL	洗脱方式：	等度洗脱

1.3 标准溶液的配制

将硫酸根标准溶液用超纯水配制成1 µg/mL、5 µg/mL、20 µg/mL、50 µg/mL、100 µg/mL、200 µg/mL的标准工作溶液，待上机分析。

1.4 样品前处理



A. 两颈烧瓶; B. 接收瓶; C. 圆底烧瓶; D. 直形长玻璃管

图 1 二氧化硫残留量测定离子色谱法前处理流程及水蒸气蒸馏装置图

■ 结果讨论

2.1 标准溶液色谱图

二氧化硫残留量测定方法空白和硫酸根的标准溶液色谱图如图 2 所示。

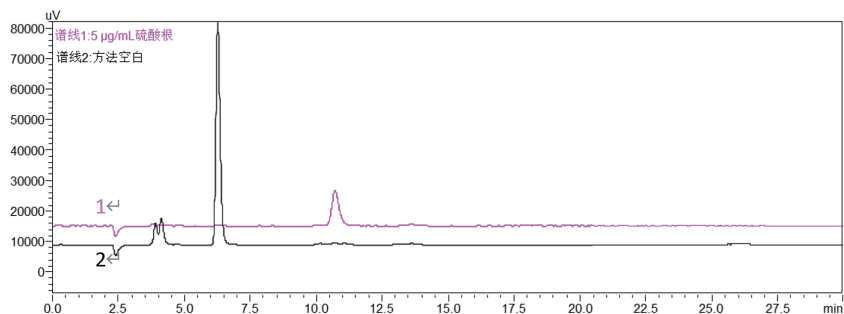


图 2 二氧化硫残留量测定方法空白和硫酸根的标准溶液色谱图叠图 (1: 方法空白的色谱图; 2: 5 µg/mL 硫酸根的色谱图)

2.2 校准曲线和检出限

取 1.3 的标准工作溶液，按照 1.2 分析条件进样分析，以目标物浓度为横坐标，目标物峰面积为纵坐标，以外标法绘制标准曲线，线性范围在 1~200 $\mu\text{g/mL}$ 内，其线性相关系数为 0.9999，准确度为 99.4~113.9%，线性良好。根据计算所得检出限为 1.08 mg/kg ；定量限为 3.56 mg/kg ；校准曲线如图 3。

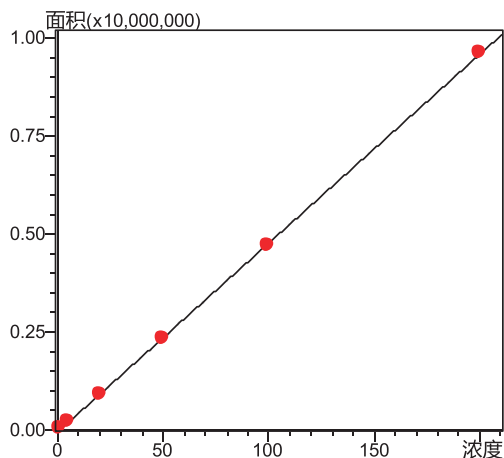


图 3 硫酸根校准曲线

2.3 重复性结果

取 5 mg/L 、50 mg/L 、100 mg/L 三种浓度的硫酸根标准工作溶液重复进样 3 次，考察仪器重复性。硫酸根峰面积的相对标准偏差在 0.091%~0.198%，具体结果见表 1。

表 1 重复性实验结果 (n=3)

目标离子	RSD% (5 mg/L)		RSD% (50 mg/L)		RSD% (100 mg/L)	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
硫酸根	0.038	0.091	0.017	0.113	0.021	0.198

2.4 实际样品测试及加标回收率结果

按照 1.3 的前处理方法处理中药材党参样品和中药材党参加标样品，三个水平加标浓度的加标平均回收率在 92.1%~98.3% 之间，相对标准偏差 RSD% 在 7.53~14.0% 之间。实际样品中二氧化硫的浓度及加标回收率见表 2。

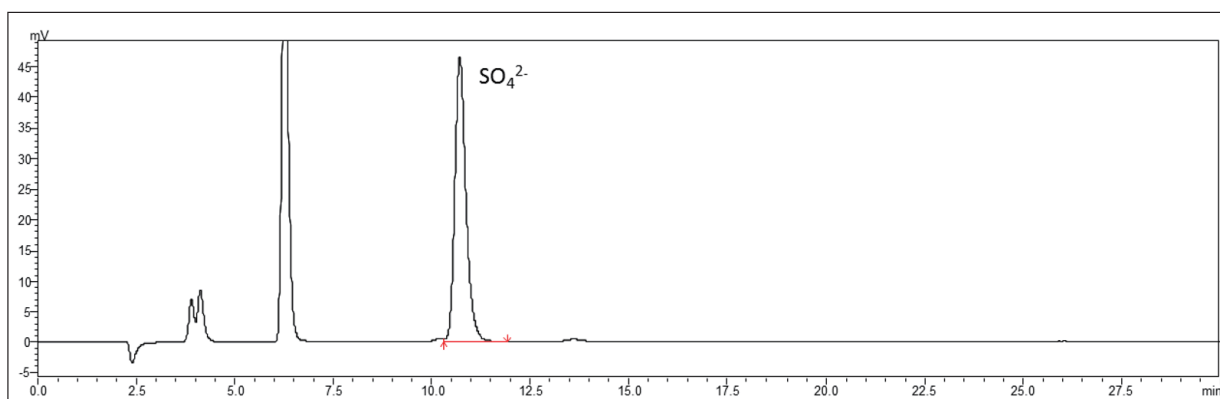


图 4 实际样品色谱图

表 2 党参样品中二氧化硫浓度和加标回收率 (n=3)

化合物名称	平均样品浓度 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标后平均浓度 (mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (%)
二氧化硫	140	200	337	98.3	14.0
		400	508	92.1	12.5
		600	696	92.7	7.5

$$\text{计算公式为: } \rho = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times 0.6669}{m}$$

式中:

ρ ——样品中二氧化硫的质量浓度, 单位: mg/kg;

ρ_i ——从标准曲线中得到样品中目标化合物的质量浓度, 单位: $\mu\text{g/mL}$;

ρ_0 ——从标准曲线得到实验室空白中目标化合物质量浓度, 单位: $\mu\text{g/mL}$;

V ——试样的定容体积, 单位: mL;

0.6669——硫酸根与二氧化硫的质量转换因子 ($\text{SO}_2/\text{SO}_4^{2-}=0.6669$);

m ——称样量, 单位: g。

■ 结论

本文使用岛津离子色谱仪, 参考国家药典委员会发布的《中华人民共和国药典》2020年版四部通则(2331)二氧化硫残留量测定法第三法(离子色谱法), 建立了离子色谱仪检测中药材党参中二氧化硫残留量的方法。该方法采用外标法定量, 保留时间和峰面积重复性良好。加标回收实验中, 二氧化硫回收率在 92.1%~98.3% 之间, 回收及精密度良好。方法中检出限、线性、重复性等满足标准相关要求。

岛津应用云

