附錄 XVII 二氧化硫殘留測定方法

使用硫磺薰蒸處理藥材，以防止其變質。然而，殘留於藥材的二氧化硫可引致部分人士出現過敏反應。本方法可測定藥材樣品中二氧化硫殘留量。

方法

（1） **二氧化硫殘留測定方法** —本分析方法必須通過驗證並符合下列要求：

（a）方法應適合於測定二氧化硫殘留；
（b）確定二氧化硫殘留的檢測限及定量限；
（c）二氧化硫殘留的定量限設定為 10 mg/kg；
（d）加樣回收率應在 80-115% 範圍之內；
（e）多次平行樣品測定精密度的相對偏差允許值應 ±15%；
（f）應進行空白測試。

（2） **試劑**

6M 鹽酸溶液
稱取鹽酸618 g，緩緩加水1000 mL稀釋。
甲基紅指示液
稱取甲基紅250 mg , 溶解於100 mL 乙醇中。
酚酞指示液
稱取酚酞1 g，溶解於100 mL乙醇中。
0.01M 氫氧化鈉滴定液
精密稱取氫氧化鈉40 g，置1000-mL量瓶中，加水至刻度。精密吸取10.0 mL氫氧化鈉溶液轉移於1000-mL量瓶中，加水至刻度。
3%（v/v）過氧化氫溶液
精密吸取10.0 mL 過氧化氫溶液（30%,v/v），轉移於100-mL量瓶中，加水至刻度。使用前，加甲基紅指示液3滴，用0.01M 氫氧化鈉滴定液滴定至黃色終點。如超過終點，則應捨棄該溶液。

（3） **氫氧化鈉滴定液標化**

精密稱取在105°C 乾燥至恒重的鄰苯二甲酸氫鉀60 mg，置250-mL錐形瓶中，加水50 mL，振搖，加酚酞指示液2 滴，用氫氧化鈉滴定液滴定至溶液顯粉紅色。在接近終點時，應使鄰苯二甲酸氫鉀完全溶解。記錄氫氧化鈉滴定液消耗的體積，按以下公式計算氫氧化鈉滴定液的濃度：

$$C_{NaOH} = \frac{W_{C_8H_5KO_4} \times P_{C_8H_5KO_4} \times 1000}{V_{NaOH} \times Mw_{C_8H_5KO_4}}$$

式中 C_{NaOH} = 氫氧化鈉滴定液摩爾濃度（mol/L）
V_{NaOH} = 消耗氫氧化鈉滴定液的體積（mL）
$Mw_{C_8H_5KO_4}$ = 鄰苯二甲酸氫鉀的分子量（204.22 g）
$W_{C_8H_5KO_4}$ = 鄰苯二甲酸氫鉀的重量（g）
$P_{C_8H_5KO_4}$ = 鄰苯二甲酸氫鉀的純度（%）

（4） **樣品製備** — 選取具有代表性的藥材，如需要，在磨粉前可先將藥材粉碎。在樣品分析前，藥材樣品必須先粉碎。在可行情況下，取樣量應不少於測試量之五倍。

（5） **儀器裝置** — 儀器裝置（圖1）是由1000-mL標準磨口兩頸圓底燒瓶（直徑29 mm 及24 mm）（A）；回流冷凝管（B）；50-mL帶刻度分液漏斗（C）；連接氮氣流入口（D）；二氧化硫氣體出口（E）組成。使用前，儀器裝置應清洗潔淨，並檢查接合部分是否嚴密。

滴定設備通常包括帶刻度的滴定管，管內裝入已知濃度的滴定液；錐形瓶，用來盛放供試品溶液；適當的指示劑，用來指示滴定終點；磁力攪拌器，用於滴定時攪拌反應溶液，或其他方法使反應溶液混合均勻。

（6） **供試品溶液** — 精密稱取樣品細粉粉末10 g，置1000-mL 圓底燒瓶中，加水300-400 mL。當二氧化硫殘留量超過1000 mg/kg，取樣量可適當減少，但應不少於5 g 。連接圓底燒瓶與回流冷凝管，再將二氧化硫氣體出口連接導氣管，並置出口導氣管於100-mL 錐形瓶底部，錐形瓶內加入3%（v/v）過氧化氫溶液50 mL。開通氮氣，使用流量計調節至氣體流量為0.2 L/min。開啟分液漏斗的活塞，加6M 鹽酸溶液10 mL於圓底燒瓶中，緩緩加熱至沸，並保持微沸。1.5小時後，停止加熱，讓錐形瓶放冷至室溫。測定藥材樣品中二氧化硫殘留量（mg/kg）。

將適當羥甲基磺酸鈉溶液加入樣品粉末中，並根據上述過程製備加標樣品。

（7） **供試品溶液滴定** — 用氫氧化鈉滴定液滴定至100-mL 錐形瓶中溶液顯黃色及持續時間20秒不褪，並進行空白測試。記錄氫氧化鈉滴定液消耗的體積，按以下公式計算樣品中二氧化硫殘留量。

$$\text{二氧化硫殘留量（mg/kg）} = \frac{(V_A - V_B) \times C_{NaOH} \times 32.03 \times 1000}{W}$$

式中 V_A = 供試品溶液消耗氫氧化鈉滴定液的體積（mL）
V_B = 空白測試時消耗氫氧化鈉滴定液的體積（mL）
C_{NaOH} = 氫氧化鈉滴定液摩爾濃度（mol/L）
32.03 = 二氧化硫毫克當量
1000 = 轉換毫克當量至微克當量的因數
W = 用以製備供試品溶液的樣品量（g）

限度 — 除源於礦物的藥材或另有規定外，藥材樣品中二氧化硫殘留量應符合表1所列的限度。

表1 藥材中二氧化硫殘留限度

藥材	二氧化硫殘留限度（不多於）
所有藥材 （除源於礦物的藥材或另有規定外）	150 mg/kg

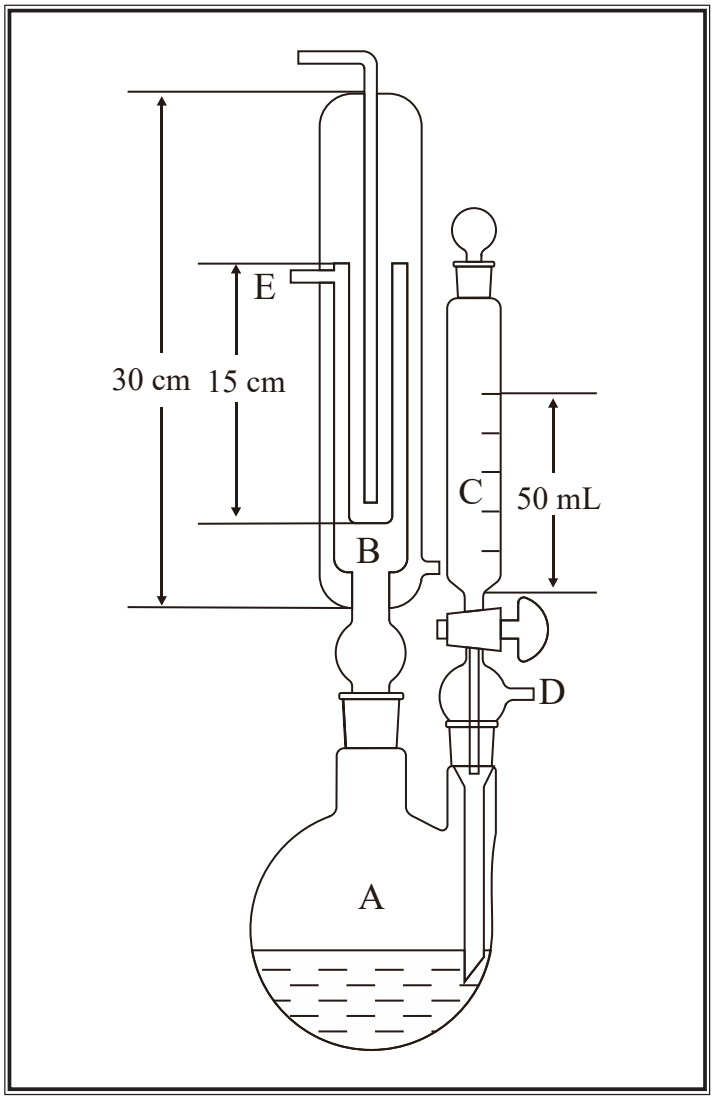

圖 1 測定藥材樣品二氧化硫殘留量的儀器裝置