

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) 方法應適合於擬測定二氧化硫殘留；
- (b) 確定擬測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 $\pm 15\%$ ；
- (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：

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{W_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4} \times P_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4} \times 1000}{V_{\text{NaOH}} \times \text{Mw}_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4}}$$

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)
	$Mw_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4}$	=	鄰苯二甲酸氫鉀的分子量 (204.22 g)
	$W_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4}$	=	鄰苯二甲酸氫鉀的重量 (g)
	$P_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4}$	=	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，用於滴定时攪拌反應溶液，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。

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

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus
密蒙花
Buddlejae Flos

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽
覆盆子
Rubi Fructus
皂角刺
Gleditsiae Spina

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花

Sennae Folium
番瀉葉

Gleditsiae Fructus Abnor

沙苑子
Astragali Complanati Semen

鬱金
Curcumae Radix

豬牙皂

川楝子

Toosendan Fructus

Solidaginis Herba
一枝黃花

Cyathulae Radix
川牛膝

附錄 XVII 二氧化硫殘留測定方法

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

附錄 XVII 二氧化硫殘留測定方法

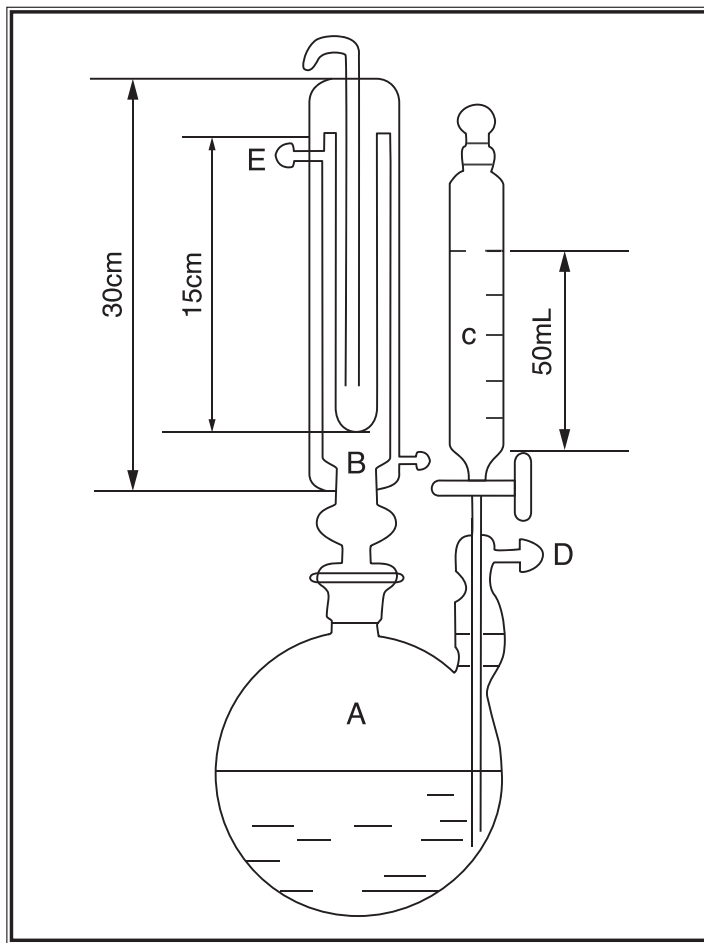


圖 1 測定藥材樣品二氧化硫殘留量的儀器裝置