

中药二氧化硫测定仪产品讲解及应用介绍

济南盛泰电子科技有限公司

目录

- ◆ 研发背景
- ◆ 产品介绍
- ◆ 实验原理
- ◆ 实验步骤
- ◆ 方法验证
- ◆ 实验案例
- ◆ 客户案例
- ◆ 注意事项



一、研发背景

- 中药材在产地初加工和流通储藏过程中使用硫磺熏蒸可导致亚硫酸盐类物质的残留，会影响中药材或饮片的外观、气味、质量等。硫磺熏蒸后，在样品中以钾、钠、钙等元素的亚硫酸盐、焦亚硫酸盐、亚硫酸氢盐等多种形式存在。国际惯例其毒性及惯例以二氧化硫或亚硫酸钠表示。
- 为防止中药材粗加工过程中滥用或者过度使用硫磺熏蒸的问题，国家药典委员会在《中国药典》2015版制订了二氧化硫限量标准及检测方法。规定山药等10种传统使用硫磺熏蒸的中药材及其饮片，二氧化硫残留量不得过400mg/kg，其他中药材及其饮片的二氧化硫残留量不得过150mg/kg。此限度是为了防止中药材初加工过程中滥用或者过度使用硫磺熏蒸。

一、研发背景

2015版《中国药典》规定了二氧化硫的三种检测方法：酸碱滴定、气相色谱法、离子色谱法等。气相、离子色谱法具有灵敏度高、专属性强等优点，但仪器设备昂贵，不利于基层药检系统的推广使用；酸碱滴定法具有装置简单、低成本的优势，是药典规定的法定检测方法。但由于药典只描述了该方法的玻璃仪器装置，整套装置的购买、装配和实施还需不断完善。例如：

(1) 除了玻璃仪器装置外，还需配备磁力搅拌、电热套、滴定平台、具备流速表的氮气装置等，并进行组装。许多单位觉得购买设备多而繁琐、组装实施困难，无法开展该项检测方法；

(2) 组装好的装置五花八门，在使用过程中存在氮气流速不稳定、加热不均匀、易漏气、易暴沸、易受冷却水源影响等问题，相应带来平行性差、回收率低等直接影响试验结果的现象；

(3) 工作效率低，目前设备采用单联装置，难以同时处理多个样品，对多批次药材同时检验费时费力。

二、产品介绍



中药二氧化硫残留量测定仪 型号：ST107-1P

ST107系列中药二氧化硫测定仪技术指标			
型 号	107-1RW (四位)	107-1P (四位)	107S (两位)
加热方式	远红外陶瓷辐射加热, 功耗小热效率高		
防干烧设计	●	●	—
冷却方式	内置压缩机	普通风冷	需外接冷却水
内置磁力搅拌	●	●	●
氮吹控制	60-600ml/min	60-600ml/min	60-600ml/min
微沸加热	●	●	—
外形尺寸 (cm)	96×55×40	96×55×37	48×50×23
时间控制	0-200min		—
额定功率	3200W	2400W	1000W
额定电压	220V/50HZ		

注：“●”表示具有相同技术指标，“—”表示不具有

二、产品介绍

- **加热方式的改变：**采用专利订制的远红外陶瓷器辐射加热，热效率高功耗小，设有防干烧功能，热过载保护防止烧瓶烧干炸裂等；
- **冷却方式的改变：**采用压缩机+风冷双重降温自动内循环模式，无需外接冷却水，冷却效果好，适合批量连续处理样品（107-1RW独有）；
- **控温方式的改变：**采用微沸加热控制系统，样品受热更均匀，检测结果更可靠；
- **氮气流速控制：**内置氮气流量控制装置，过压保护可调节单孔氮气流量，调节范围：60-600ml/min；
- **磁力搅拌：**主机内置四组磁力搅拌装置，转速可单控，整体设计，美观大方；
- **固定装置：**冷凝管固定装置设计独特，与传统的冷凝管夹子相比，拆卸、移动方便；也可选配自动滴定义。
- **滴定装置：**与磁力搅拌装置配套，可在仪器上直接实现滴定操作。

三、实验原理

本法将中药材以蒸馏法进行处理，样品中的亚硫酸盐系列物质加酸处理后转化为二氧化硫后，随氮气流带入到含有双氧水的吸收瓶中，双氧水将其氧化为硫酸根离子，采用酸碱滴定法测定，计算药材及饮片中二氧化硫残留量。



四、操作步骤

(1) 准备工作:

- a. 精确称量适量样品于蒸馏瓶中，加入300-400ml纯水，空白样只加纯水；
- b. 刻度管中加入10ml 6mol/L的盐酸；
- c. 100ml锥形瓶内加入50ml 3%的双氧水 H_2O_2 ，并将馏出液玻璃管末端插入吸收液液面以下。

注：使用前，在吸收液中加入三滴甲基红乙醇溶液指示剂(2.5mg/ml)，并用0.01mol/L氢氧化钠滴定至黄色，即终点，如超过终点，舍弃该吸收液。

四、操作步骤

(2) 将蒸馏瓶依次放入各加热孔中，连接好刻度管，冷凝管。

(3) 将流量计稍微打开一点(可以缓冲因氮气总阀流量过高对仪器内管路的冲击)，依次打开氮气总阀，针型阀(0.2-0.4MPa)，此时再调整流量计流量约200ml/min。

(4) 关掉一号孔流量计，使盐酸迅速流入蒸馏瓶内，加入完毕后，迅速打开流量计；依此完成二号、三号、四号孔盐酸的加入。

(5) 打开循环水开关，按下加热按键，开始加热蒸馏，微沸1.5h。

(6) 加热完毕后，用0.01mol/L氢氧化钠滴定至黄色，计算含量。

四、操作步骤

计算公式如下：

$$\text{供试品中二氧化硫残留量} (\mu\text{g/g}) = \frac{(A - B) \times c \times 0.032 \times 10^6}{W}$$

式中：A为供试品溶液消耗氢氧化钠滴定液的体积，ml；

B为空白消耗氢氧化钠滴定液的体积，ml；

c为氢氧化钠滴定液摩尔浓度，mol/L；

W为供试品的重量，g；

0.032为1ml氢氧化钠滴定液[1mol/L]相当的二氧化硫的质量，g。

五、方法验证

1、精密度实验：

取亚硫酸钠溶液低、中、高3个梯度含量的水样，各平行测定六次，计算各含量6个样品的相对标准偏差。



五、方法验证

表1 精密度实验结果

平行号		试样		
		含量1	含量2	含量3
测试结果 (μg)	1	1152.58	2873.09	5779.58
	2	1135.87	2889.79	5762.88
	3	1135.87	2906.50	5762.88
	4	1152.58	2856.38	5812.99
	5	1135.87	2889.79	5662.66
	6	1169.28	2906.50	5796.29
平均值 (μg)		1147.00	2887.00	5762.88
标准偏差		13.64	19.53	52.83
相对标准偏差 (%)		1.19	0.68	0.92

由表1可知，检测结果相对标准偏差在0.68~1.19%范围内，均小于5.0%。

五、方法验证

2、准确度实验：

亚硫酸钠配置完后要标定，标定如下：

取10.00ml碘溶液于250ml碘量瓶中，加入40ml新蒸馏水，用待标定的亚硫酸钠滴定至淡黄色，加0.5%的淀粉溶液2ml，滴定至蓝色刚好退去，记录V。

$$SO_2(\mu g / ml) = \frac{c \times 10.00 \times 32.02 \times 1000}{V} \dots\dots\dots (1)$$

c 为碘溶液浓度，V为消耗亚硫酸钠的体积。

本次试验中碘标液浓度为0.01028mol/L，V=5.35ml，可得二氧化硫含量为615.26μg/ml，

取5.00ml亚硫酸钠溶液进行空白样品加标试验，加标量为3076.30μg（以SO₂计）。

五、方法验证

表2 准确度实验结果

平行号		标准样品含量
测试结果(μg)	1	2944.00
	2	2913.56
	3	2928.00
	4	2906.50
	5	2923.20
	6	2940.00
平均值(μg)		2925.88
二氧化硫加标量(μg)		3076.30
加标回收率(%)		95.11

六、实验案例

1、山药中二氧化硫残留量的测定

(1) 仪器参数:

升温时间: 10min

升温功率: 450W

缓冲时间: 5min

保温功率: 300W

时间设定: 105min



六、实验案例



六、实验案例

1、山药中二氧化硫残留量的测定

(2) 实验结果

取样量 (g)	氢氧化钠浓度 (mol/L)	消耗氢氧化钠体积 (mL)	二氧化硫残留量 (ug/g)
0.0000	0.01	0.00	0
10.1542		18.40	579
10.0099		18.10	578
10.1082		18.40	582

六、实验案例

1、山药中二氧化硫残留量的测定

(3) 结果分析：

山药中二氧化硫残留量均值为 $580\mu\text{g}/\text{g}$ ，根据《中国药典》中对中药材及中药饮片二氧化硫残留量的要求，山药中二氧化硫残留量限值为 $400\mu\text{g}/\text{g}$ ，故该批次的山药中二氧化硫残留量超标。

六、实验案例

2、白芍中二氧化硫残留量的测定

(1) 仪器参数:

升温时间: 10min

升温功率: 450W

缓冲时间: 5min

保温功率: 300W

时间设定: 105min



六、实验案例

2、白芍中二氧化硫残留量的测定

(2) 实验结果

取样量 (g)	氢氧化钠浓度 (mol/L)	消耗氢氧化钠体积 (mL)	二氧化硫残留量 (ug/g)
0.0000	0.01	0.00	0
10.0858		9.00	286
10.0127		8.70	278
10.0548		8.80	280

六、实验案例

2、白芍中二氧化硫残留量的测定

(3) 结果分析：

白芍中二氧化硫残留量均值为281ug/g，根据《中国药典》中对中药材及中药饮片二氧化硫残留量的要求，白芍中二氧化硫残留量限值400ug/g，故该批次的白芍中二氧化硫残留量不超标。

七、注意事项

- 配置过程中，所用水均为无氧水，可用氮气吹脱去氧。
- 试验前检查整个管路的气密性，以免漏气。
- 对于样品浓度过高的样，应适量减少取样量，但不少于5g。
- 对于易沸样品可适当调小加热功率或是加入消泡剂。

八、盛泰部分客户案例

各级食药检验监督机构：

中国食品药品检定研究院、上海市食品药品检验研究院、山东省食品药品检验院、四川省食品药品检验院、广东省食品药品检验院、广西省食品药品检验院、湖北省食品药品检验研究院、安徽省食品药品检验院、浙江省食品药品检验院、黑龙江食品药品检验院、宁夏自治区药品检验所、陕西省食品药品检验院、浙江口岸药品检验所、北京市食品药品检验所、济南市食品药品检验所、合肥市食品药品检验所、亳州药品检验所、桂林市药品检验所、成都市食品药品检验所、兰州市药品检验所、中山市药品检验所、深圳药品检验所、绵阳市药品检验所等数百家食品药品检验检测机构。。。

各知名药企：

华润三九集团、吉林修正药业、北京同仁堂、重庆太极集团、东阿阿胶、四川科伦药业、四川奇力制药、康美药业、江苏康缘药业、无限极集团、吉林敖东制药、河北以岭药业、浙江正大青春宝药业、桂林三金药业、贵州百灵药业、广州康美药业、内蒙古蒙药股份、青岛正大海尔药业、西安博爱制药、黑龙江哈药集团、金马药业、兰州佛慈制药、山东步长制药、荣昌制药、内蒙蒙药股份、内蒙康臣药业、河南宛西制药、国药一致药业、厦门光华制药等。。。。。

联系我们

济南盛泰电子科技有限公司

地址：山东省济南市历下区泺源大街108-1号

联系人：徐先生

电话：0531-86970887 400-693-0887

传真：0531-86970887

手机：18953105891

Email: sales@sdstkj.net

网址：<http://www.sdstkj.net>

业务QQ：1183913231

了解更多，扫我一下！



【盛泰手机网站，请放心扫描】



THANKS