

# 酸蒸馏碘滴定法测定西洋参中二氧化硫残留量<sup>△</sup>

周海燕<sup>1</sup>, 付建国<sup>2</sup>, 周应群<sup>1</sup>, 李艳<sup>3</sup>, 赵润怀<sup>1\*</sup>

(1. 中国药材公司, 北京 102600; 2. 黑龙江东度参业科技发展有限公司, 黑龙江 海林 157100; 3. 南京大学, 江苏 南京 210093)

**[摘要]** 目的: 分析不同产地不同商品规格西洋参中二氧化硫的残留情况。方法: 采用《中国药典》2010年版一部规定的酸蒸馏碘滴定方法检测西洋参中二氧化硫残留量。结果: 西洋参样品二氧化硫的含量均低于 $5\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ , 远远低于国际规定的限量标准; 西洋参产地和商品规格与二氧化硫残留量相关关系不明显。结论: 国家有关部门在制定西洋参二氧化硫残留量限量标准时应将西洋参作为传统不硫熏的药材对待。

**[关键词]** 西洋参; 商品规格; 二氧化硫残留量; 安全性

西洋参为五加科植物西洋参 *Panax quinquefolium* L. 的干燥根, 味苦、性凉、入心、肺、肾经, 功能以补益为主, 可补气养阴、清热生津, 是一味药食两用的名贵中药。在产地加工、销售、贮藏过程中, 为达到防腐、防虫、增白的目的, 常常人为地引入硫熏。硫熏产生的二氧化硫是一种强还原剂, 服用含过量二氧化硫的中药, 会危害人的身体健康<sup>[1]</sup>, 另据报道, 二氧化硫也会改变西洋参药材中药效活性类成分人参皂苷的含量, 进而影响其质量和疗效<sup>[2]</sup>。因此, 本研究采用《中国药典》2010年版一部的酸蒸馏碘滴定方法<sup>[3]</sup>, 对不同产地不同商品规格西洋参二氧化硫残留量进行检测, 为不同产地不同商品规格西洋参的质量评价和食用药用安全性提供实验依据。

## 1 仪器与试剂

1 L 两颈圆底烧瓶, 竖式回流冷凝管, 带刻度分液漏斗(玻璃仪器照《中国药典》标准做)<sup>[3]</sup>, 99.999% 高纯氮气(北京千禧气体公司), 25 mL 酸式滴定管, 磁力搅拌器(9401 数显控温, 上海振荣科学仪器有限公司), 电热套(1 L 调温型 ZDHW, 北京中兴伟业仪器有限公司)。

西洋参来自吉林安图、汪清、抚松、靖宇、长白、集安, 北京怀柔, 山东文登, 加拿大, 均为 4

年生, 共 25 个, 未硫熏, 所有样品由中国药材公司赵润怀主任中药师鉴定为正品。盐酸(北京化工厂), 0.05 mol 碘标准液(SIGMA 公司), 可溶性高纯淀粉(SIGMA 公司), 去离子水。

## 2 试验方法

### 2.1 淀粉指示液配制

取可溶性淀粉 0.6 g, 加水 5 mL 搅匀后, 缓缓倾入 100 mL 沸水中, 随加随搅拌, 继续煮沸 2 min, 放冷, 倾取上层清液, 临用新制, 所得淀粉指示剂的质量浓度为  $6\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

### 2.2 碘标准溶液配制

0.05 mol 碘浓缩标准液置 1 000 mL 棕色量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。精密量取 20 mL, 置 100 mL 棕色量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 即得  $0.01\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  碘标准溶液。

### 2.3 样品测定

照《中国药典》2010年版一部附录 IX U 项下方法测定。取约 10 g 西洋参细粉, 精密称定, 置两颈圆底烧瓶中, 加水 400 mL 和  $6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  盐酸溶液 10 mL, 连接刻度分液漏斗, 并导入氮气至瓶底, 连接回流冷凝管, 在冷凝管的上端连接导气管, 将导气管插入 250 mL 锥形瓶底部。锥形瓶内加水 125 mL 和淀粉指示剂 1 mL 作为吸收液, 置于磁力搅拌

<sup>△</sup>[基金项目] 国家公益性行业科研专项基金项目(200807020)

\*[通讯作者] 赵润怀, E-mail: zhaorunhuai@sina.com

器上不断搅拌。加热两颈圆底烧瓶内的溶液至沸，并保持微沸 3 min 后开始用碘滴定液(0.01 mol·L)滴定，至蓝色或蓝紫色持续 20 s 不褪色，并将滴定的结果用空白试验校正。

#### 2.4 空白试验

同 2.3 项方法，用 400 mL 水代替样品液进行测定，记录吸收液所消耗碘滴定液量，作为空白对照。

### 3 结果

#### 3.1 加样回收率

称取西洋参样品 6 份，另精密称取亚硫酸钠固体，加入样品中，按照 2.3 项下所述方法测定二氧化硫含量，计算加样回收率，结果见表 1。

表 1 二氧化硫加样回收率

编号	亚硫酸钠含 二氧化硫量/mg	测得二氧 化硫量/mg	回收率/%	平均回收 率/%	RSD/%
1	4.83	4.01	83.02	86.74	3.43
2	4.78	4.25	88.91		
3	4.89	4.13	84.46		
4	4.78	4.37	91.42		
5	4.81	4.03	83.78		
6	4.75	4.22	88.84		

注：原样品中含二氧化硫量为 0

#### 3.2 测定结果

采用酸蒸馏碘滴定法对不同产地同一规格西洋参以及同一产地不同商品规格西洋参共 25 个样品进行了二氧化硫残留量测定，见表 2。

表 2 25 个西洋参样品中的二氧化硫残留量测定结果

样品 来源	规格	二氧化 硫 残留量 /mg·kg <sup>-1</sup>	样品 来源	规格	二氧化 硫 残留量 /mg·kg <sup>-1</sup>
吉林安图	<7g 长枝	未检出	吉林安图	20g 中枝	3.188 1
吉林安图	<7g 中枝	未检出	吉林安图	20g 短枝	1.592 3
吉林安图	<7g 短枝	未检出	吉林安图	d>5mm 参节	3.193 2
吉林安图	8g 长枝	1.595 8	吉林安图	d<5mm 参节	未检出
吉林安图	8g 中枝	1.595 9	吉林汪清	8g 中枝	1.597 0
吉林安图	8g 短枝	1.599 3	吉林抚松	8g 中枝	1.589 6
吉林安图	10g 长枝	1.597 2	吉林靖宇	8g 中枝	未检出
吉林安图	10g 中枝	未检出	吉林长白	8g 中枝	3.183 6
吉林安图	10g 短枝	未检出	吉林集安	8g 中枝	1.599 7
吉林安图	15g 长枝	1.596 9	北京怀柔	8g 中枝	1.599 2
吉林安图	15g 中枝	未检出	山东文登	8g 中枝	0.318 3
吉林安图	15g 短枝	4.799 2	加拿大	8g 中枝	1.597 4
吉林安图	20g 长枝	3.193 2			

本实验共对 25 个西洋参样品进行了测定，其中 8 个样品未检出，其余 17 个样品二氧化硫含量低于

5 mg·kg<sup>-1</sup>。

### 4 讨论

酸蒸馏碘滴定法是《中国药典》2010 年版收载的测定中药二氧化硫残留量的方法，因而未进行全面的方法学验证，仅对装置进行回收率试验和空白试验。空白试验(蒸馏水)消耗碘滴定液约 0.45 mL。采用亚硫酸钠溶液进行回收率试验，其回收率为 86.74%，表明装置和试验均能满足二氧化硫残留量测定要求。

基于对二氧化硫毒性的认识，国际上对中药材中的二氧化硫的残留量具有严格的限量控制，随着国产西洋参规模增大，出口量增多，其二氧化硫残留量的问题日益引起人们的重视。2004 年韩国食品医药品安全厅规定了党参、人参等 266 个中药品种中二氧化硫残留量的限量标准为 30 mg·kg<sup>-1</sup> 以下，是目前各国中要求最高的。我国在《中国药典》2010 年版一部附录明确了二氧化硫残留量测定方法，但对具体品种残留量的限度并未作出相应规定，缺乏可操作性。本次研究表明，25 个未硫熏的西洋参样品二氧化硫的含量均低于 5 mg·kg<sup>-1</sup>，远远低于国际规定的限量标准，说明西洋参栽培环境安全，天然来源的二氧化硫在西洋参中的含量很低，西洋参药材安全性高。

在探讨不同产地不同商品规格西洋参中二氧化硫残留量间的关系时发现，不同产地不同商品规格的西洋参含量低，且差异性小，表明西洋参产地和商品等级规格(主要根据长度和单支重量划定)与二氧化硫残留量无明显的相关关系。

西洋参在产地加工、销售、贮藏过程中不需要硫熏，历年文献均无相关记载，从本文测定结果来看，如加工储存过程中不采用熏硫，其商品的二氧化硫残留量不会超标，国家有关部门在制定西洋参二氧化硫残留量限量标准时应将西洋参作为传统不硫熏的药材对待。

#### 参考文献

- [1] 杨智海,宋莉,桥蓉霞,等. 中药外源性有害残留物二氧化硫的研究进展[J]. 药物分析杂志,2010,3(11): 2246-2250.
- [2] 李月茹,孙晓秋,李树殿. 熏硫人参二氧化硫残留量分析测定[J]. 人参研究,1995,(2):16-18.
- [3] 国家药典委员会. 中国药典[S]. 一部. 北京:中国医药科技出版社,2010,附录 61.

## Determination of Residual Sulphur Dioxide in American Ginseng by Iodine Titration

ZHOU Hai-yan<sup>1</sup>, FU Jian-guo<sup>2</sup>, ZHOU Ying-qun<sup>1</sup>, LI Yan<sup>3</sup>, ZHAO Run-huai<sup>1</sup>

(1. China National Corp. of Traditional & Herbal Medicine, Beijing 102600, China;

2. Heilongjiang Dongdu Ginseng Technology Development Co. Ltd, Hailin 157100, China;

3. Nanjing University, Nanjing 210093, China)

[Abstract] **Objective:** To analyze the content of residual sulphur dioxide in american ginseng of different regions and commercial grades. **Methods:** The residual sulphur dioxide were determined by the iodine titration method from Chinese Pharmacopoeia of 2010 edition. **Results:** The residual sulphur dioxide in american ginseng of different regions and commercial grades were far lower than the international limit. There is no correlation between commercial grades and residual sulphur dioxide. **Conclusion:** State department should strictly build the limited quantity's statutory standards of the residual sulphur dioxide of american ginseng as traditional medicinal materials without stove drying.

[Key words] American ginseng; Commercial grades; Residue of sulphur dioxide; Security

(收稿日期 2011-12-12)



### 我国将采取五项措施推进现代种业发展

从农业部获悉,我国种业发展进入前所未有的机遇期,今后我国将通过推动政策措施出台和落实、推进种业科研体制改革和机制创新、扶持育繁推一体化种子企业做大做强、推动国家级种子生产基地建设和加大种子市场监管力度等五项措施,推进现代种业发展。

农业部副部长余欣荣日前在农业部召开的《国务院关于加强推进现代农作物种业发展的意见》发布一周年座谈会上指出,中国是一个农业大国,农业是立国之本,种业是农业的先导产业。2011年国务院出台的《意见》是一个历史性文件,全国现代农作物种业工作会议是一个历史性会议,在种业发展史上具有里程碑意义。

据了解,一年来,有关部委认真落实国务院部署,细化、实化配套政策措施,23个省区市出台具体落实意见,政策支持力度加大,机制创新取得进展,企业信心增强,市场环境优化,社会各界对推进种业发展营造了良好氛围。

余欣荣表示,总体看,推进种业发展的“大气候”初步形成,但还要看到,发展现代种业还有很长的路要走。要进一步深化对种业科研体制改革的认识,相关政策要配套到位;创新资源要继续向企业转移,切实扶持种子企业做大做强;种子基地要加快建设,确保供种数量和质量安全;种子市场监管要进一步加强,要维护好公平竞争的市场环境。

余欣荣强调,要加大对科研单位基础研究、企业商业化育种、种子基地建设、种子管理体系的投入,推动制种保险、种子储备等政策落实。推进科研单位与商业化育种、与所办种子企业“两分离”,以此推动科研单位加强基础性研究、企业加强商业化研发“两加强”,搭建合作平台,促进科研单位与企业、基础性研究与商业化研发“两合作”。推进企业构建商业化育种体系,尽快开辟品种审定“绿色通道”,加快企业领军人才的引进和优秀企业家的培养。抓紧研究制定甘肃杂交玉米制种、四川杂交水稻制种、海南南繁育制种三大种子基地建设规划,加快提升种子生产设施化水平。继续组织开展种子执法年活动专项行动,加强种子信息调度和市场监测,搞好供种余缺调剂,保证生产供种安全。

(信息来源:新华网)