

# 砒霜

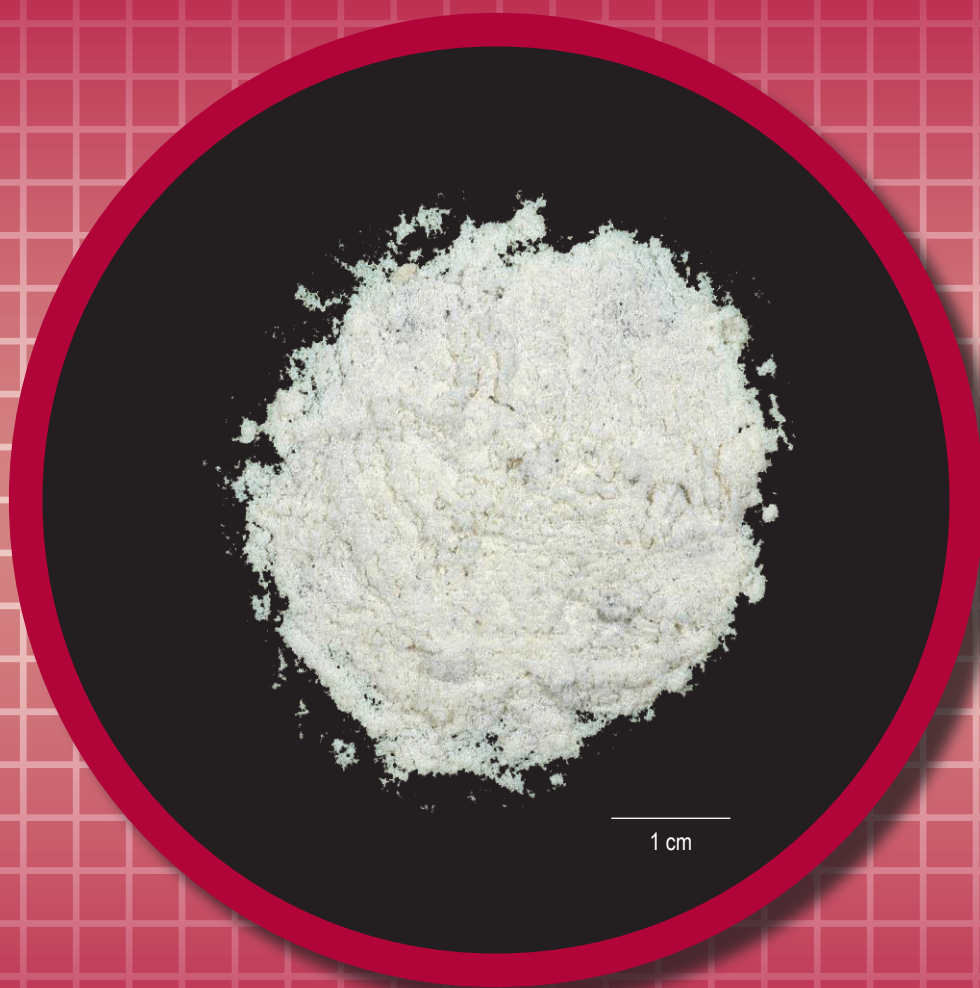


圖 1 砒霜外觀圖

## 1. 名稱

藥材正名：Arsenicum

中文名：砒霜

漢語拼音名：Pishuang

## 2. 來源

本品為無機化合物三氧化二砷(As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)，經化學合成；或由砒石昇華而製成。

## 3. 性狀

本品為白色粉末。有大毒。氣微(圖 1)。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別(附錄 III)

粉末

白色。棱柱多面體，三角形或不規則薄片(圖 2)。

### 4.2 理化鑒別

#### 砷鹽化學試驗

#### 操作程序

取本品粉末 0.1 g，置 100-mL 錐形瓶中，加 0.2% (w/v) 氫氧化鈉溶液 20 mL，用電熱板將溶液加熱約 5 分鐘。放冷至室溫。濾過，取濾液 1 mL 轉移於試管中，加 1.7% (w/v) 硝酸銀試液 2 滴，混勻，生成黃色沉澱。

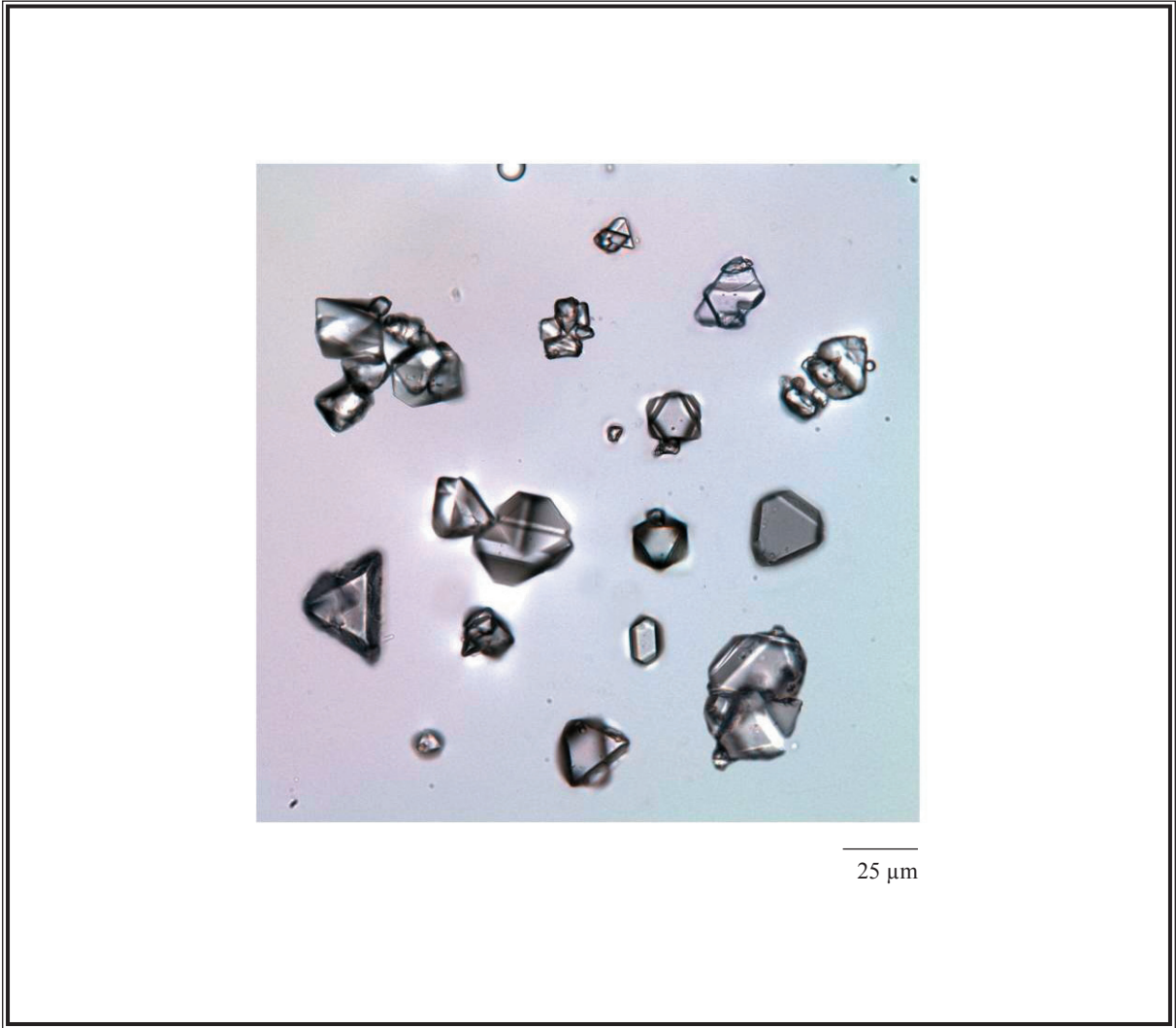


圖 2 砒霜粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

### 4.3 X-射線粉末衍射指紋圖譜(附錄 XVI)

照附錄 XVI 進行。

#### 對照品

三氧化二砷細粉末(0.5 g)。

#### 供試品

取本品細粉末 0.5 g，置載玻片或合適載體上。均勻按壓和塗抹使樣品表面平整，緊密。

#### 系統適用性要求

供試品進行分析前，用已鑒定標準物(六硼化鏷 LaB<sub>6</sub>或等同)對 X-射線衍射儀零點漂移誤差(2θ)進行精度檢查。測定已鑒定標準物 X-射線粉末衍射(XRPD)圖譜特徵衍射峰的 2θ 值，與科學標準數據庫中其 XRPD 圖譜中相應峰的 2θ 值比較。二 XRPD 圖譜中相應峰的 2θ 值差異應小於 ± 0.05°，以證明儀器條件良好。

#### 操作程序

分別將載有對照品和供試品細粉末載玻片放置在 X-射線粉末衍射儀的平台上，並記錄 XRPD 圖譜。測定對照品和供試品各衍射峰的 2θ 值。對照品及供試品相應特徵衍射峰的 2θ 值分別與表 1 比較。

表 1 砒霜 5 個特徵衍射峰的 2θ 值

| 峰號 | 2θ 值 / ° |
|----|----------|
| 1  | 13.863   |
| 2  | 27.918   |
| 3  | 32.340   |
| 4  | 35.328   |
| 5  | 46.370   |

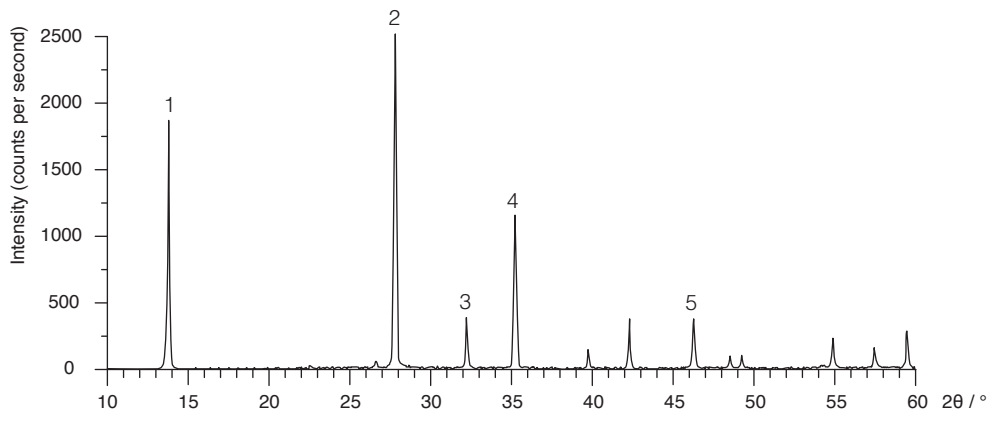


圖3 砒霜 X-射線粉末衍射對照圖譜

供試品圖譜中應有與對照圖譜(圖3)一致的5個特徵衍射峰，並與表1所列之數值的偏差(Δ2θ)均應小於± 0.2°。

### 5. 含量測定

照附錄 XV 進行。

#### 試劑

##### 碘滴定液

稱取碘 12.69 g 和碘化鉀 36.0 g，置 1000-mL 量瓶中，溶解於水中，再加鹽酸 3 滴，加水至刻度，濾過。

##### 澱粉指示液

稱取澱粉 0.5 g，溶解於 5 mL 水中，緩緩加至 100 mL 沸水中，混勻，加熱至沸約 2 分鐘，放冷至室溫，取上清液轉移於 100-mL 棕色錐形瓶中，臨用製備。

##### 碘滴定液標化

精密稱取三氧化二砷 0.075 g，置 250-mL 錐形瓶中，加 4% (w/v) 氫氧化鈉溶液 10 mL。用電熱板加熱溶液至 60°C 約 10 分鐘。加水 20 mL 和 1% (w/v) 甲基橙指示液 1 滴。用適量 5% (w/v) 硫酸中和至溶液顯粉紅色。再加碳酸氫鈉 2.0 g，水 50 mL 與澱粉指示液 2 mL。用碘滴定液滴定至溶液顯持久淡紫藍色。按以下公式計算碘滴定液的濃度：

$$C_{\text{Iodine}} = \frac{W_{\text{As}_2\text{O}_3} \times P_{\text{As}_2\text{O}_3} \times 2 \times 1000}{V_{\text{Iodine}} \times \text{Mw}_{\text{As}_2\text{O}_3}}$$

白鮮皮

Dictamnii Cortex

枳實

Artemisiae Annuae Herba

青蒿

Scrophulariae Radix

Cinnabaris

朱砂

Arsenolite

砒石

山茱萸

Cornii Fructus

Arctii Fructus

牛蒡子

Aurantii Fructus Immaturus

延胡索

Corydalis Rhizoma

砒霜

Arsenicum

Schizonepetae Spica

荊芥穗

玄參

大青葉

Isatidis Folium

Atractylodis Rhizoma

Curcumae Longae Rhizoma

蒼朮

薑黃

湖北貝母

Fritillariae Hupei Bulbus

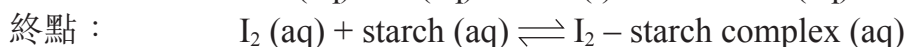
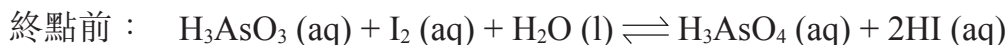
砒霜

$$\begin{aligned}
 \text{式中 } C_{\text{Iodine}} &= \text{碘滴定液濃度 (mol/L)} \\
 V_{\text{Iodine}} &= \text{碘滴定液消耗的體積 (mL)} \\
 M_{\text{As}_2\text{O}_3} &= \text{三氧化二砷的分子量 (197.84 g)} \\
 W_{\text{As}_2\text{O}_3} &= \text{三氧化二砷的重量 (g)} \\
 P_{\text{As}_2\text{O}_3} &= \text{三氧化二砷的純度 (\%)}
 \end{aligned}$$

### 供試品溶液滴定

精密稱取本品粉末 0.1 g，置 250-mL 錐形瓶中，加 4% (w/v) 氫氧化鈉溶液 10 mL，用電熱板加熱溶液至 60°C 約 10 分鐘。加水 20 mL 和 1% (w/v) 甲基橙指示液 1 滴。用適量 5% (w/v) 硫酸中和至溶液顯粉紅色。再加碳酸氫鈉 2.0 g，水 50 mL 與澱粉指示液 2 mL。用碘滴定液滴定至溶液顯持久淡紫藍色。記錄碘滴定液消耗的體積，按附錄 XV 公式計算樣品中三氧化二砷的百分含量。

砒霜化學反應式



### 三氧化二砷(As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)純度

本品純度不得少於 99.5%。