

砒石

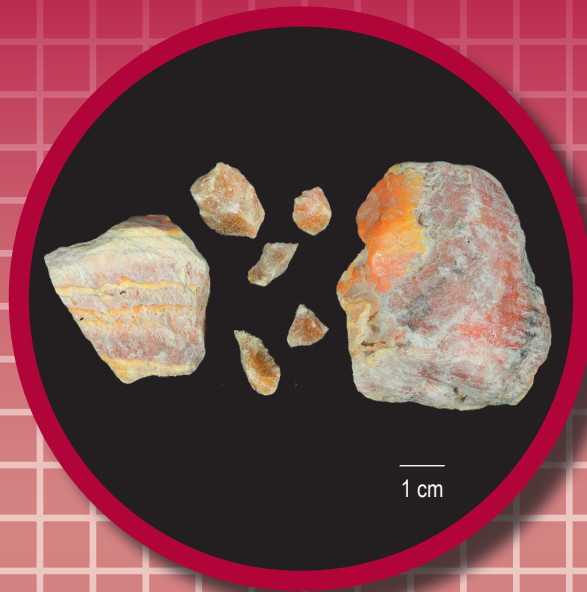


圖 1(i) 砒石外觀圖(紅砒)



圖 1(ii) 砒石外觀圖(白砒)

1. 名稱

藥材正名：Arsenolite

中文名：砒石

漢語拼音名：Pishi

2. 來源

本品為氧化砷類礦物，主含三氧化二砷(As_2O_3)。砒石來自天然砷華礦或含硫礦物毒砂、雄黃、雌黃。天然砷華礦採挖後，除去雜質即可；或由毒砂、雄黃或雌黃經燃燒，除去二氧化硫等加工過程後製成。

3. 性狀

本品為不規則團塊，大小不一。分為“紅砒”和“白砒”。“紅砒”淡紅色，淡黃色或紅黃相間。“白砒”灰白色至白色。略透明或不透明，有玻璃樣光澤或無光澤。質脆。氣微(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

粉末

白色至淡紅色。不規則薄片或多面體，半透明(圖 2)。

4.2 理化鑒別

砒鹽化學試驗

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。

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LaB₆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 砒石5個特徵衍射峰的2θ值

峰號	2θ 值 / °
1	13.850
2	27.911
3	32.335
4	35.322
5	46.367

白鮮皮

Dictamnii Cortex

枳實

Artemisiae Annuae Herba

青蒿

Scrophulariae Radix

Cinnabaris

朱砂

Arsenolite

砒石

山茱萸

Corni Fructus

湖北貝母

Fritillariae Hupe Bulbus

砒石

Arctii Fructus
牛蒡子

Aurantii Fructus Immaturus

延胡索

Corydalis Rhizoma

砒霜

Arsenicum

玄參

Schizonepetae Spica

荊芥穗

大青葉

Isatidis Folium

Atractylodis Rhizoma

Curcumae Longae Rhizoma

蒼朮

薑黃

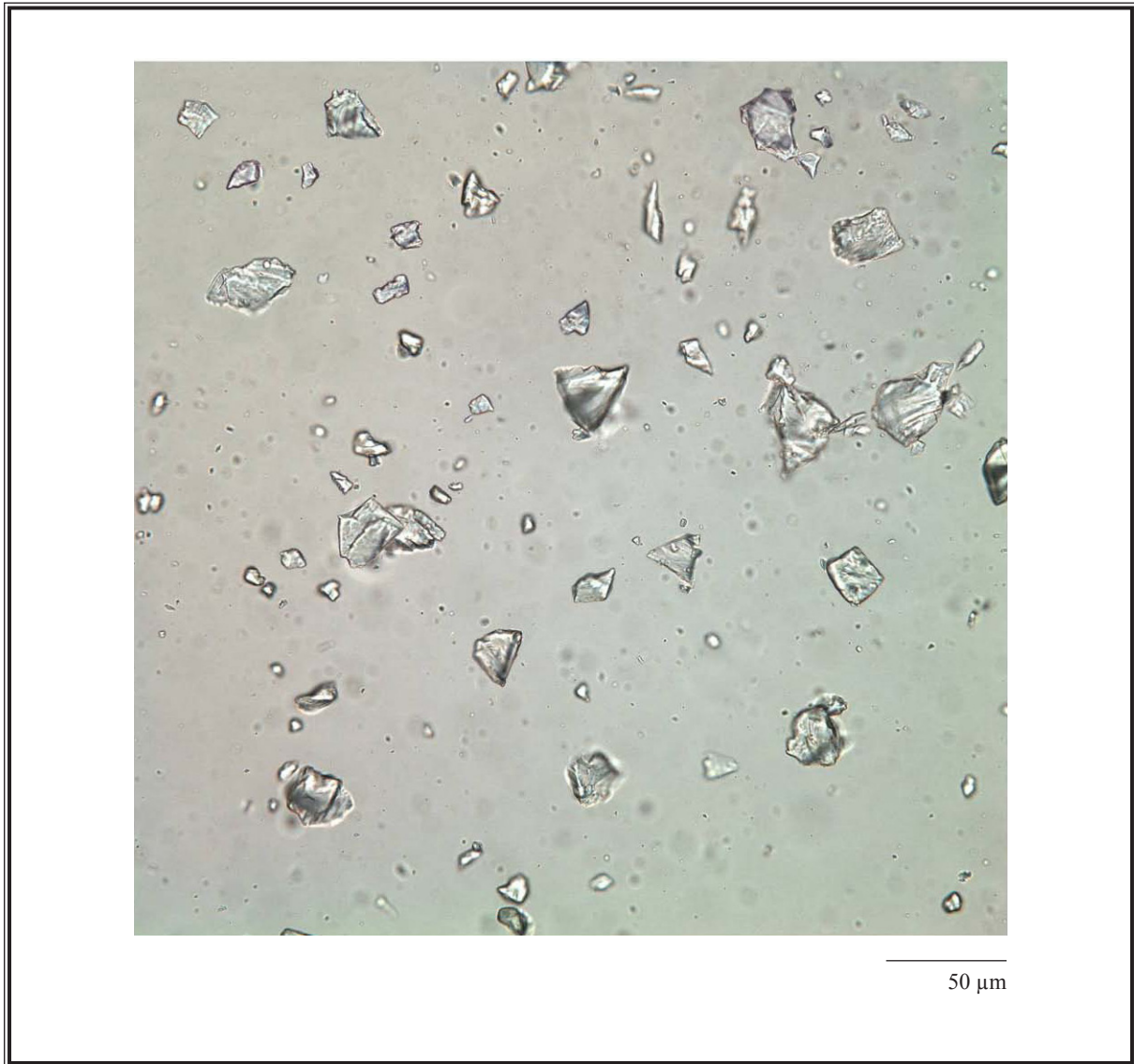


圖 2(i) 砒石(紅砒)粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)



圖 2(ii) 砒石(白砒)粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

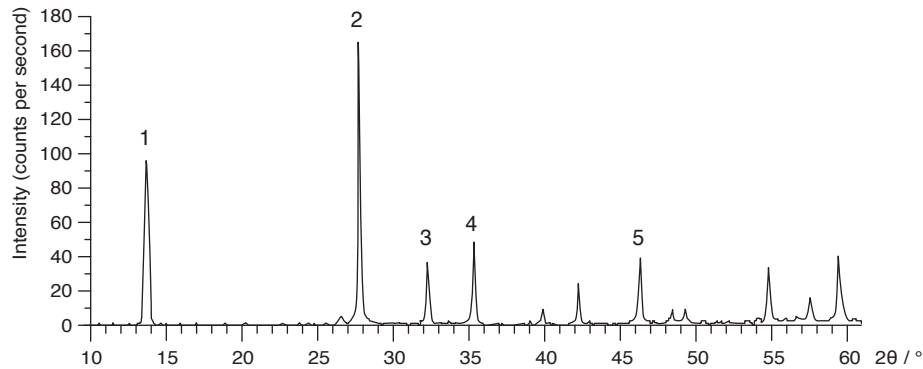


圖3 砒石 X-射線粉末衍射對照圖譜

供試品圖譜中應有與對照圖譜(圖3)一致的5個特徵峰，並與表1所列之數值的偏差($\Delta 2\theta$)均應小於 $\pm 0.2^\circ$ 。

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

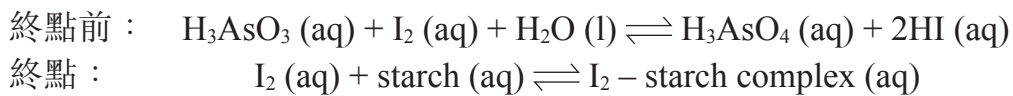
精密稱取三氧化二砷 0.075 g，置 250-mL 錐形瓶中，加 4% (w/v) 氫氧化鈉溶液 10 mL。用電熱板加熱溶液至 60°C 約 10 分鐘。加水 20 mL 和 1% (w/v) 甲基橙指示液 1 滴。用適量 5% (w/v) 硫酸中和至溶液顯粉紅色。再加碳酸氫鈉 2.0 g，水 50 mL 與澱粉指示液 2 mL。用碘滴定液滴定至溶液顯持久淡紫藍色。按以下公式計算碘滴定液的濃度：

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

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

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。
 砒石化學反應式



限度

本品含三氧化二砷 (As_2O_3) 不得少於 96.0%。