

白鮮皮 Dictamni Cortex Arctii Fructu 牛蒡子

Fritillariae Hupel輕粉 Bulbus

延胡索

砒霜 Arsenicum Scrophulariae Radi 玄参 大青葉 Isatidis Foliur senolite 砒石 Corni

山茱萸 Corni Fructus

Atractylodis Rhizoma

1. 名稱

藥材正名: Calomelas

中文名:輕粉

漢語拼音名: Qingfen

2. 來源

本品為人工煉製的氯化亞汞(Hg,Cl,)。宜置於密閉的容器內,並遮光保存。

3. 性狀

本品白色有光澤的鱗片狀或雪花狀結晶,或結晶性粉末。體輕質脆,半透明。遇光顏色漸變暗。無臭(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

粉末

白色至淡黃白色。結晶透明,不規則形,棱角明顯,或偶見平直邊緣;層紋清晰。偏光顯微鏡下呈亮白色或多彩狀(圖 2)。

4.2 理化鑒別

氯化亞汞化學試驗

操作程序

取本品粉末 0.5~g,置 50-mL 試管中,加 4.3%~(w/v) 氫氧化鈉溶液 5~mL,生成黑色粉末。

蛇床子 Scutellariae Barbatae Herba 蛇床子 Schisandrae Chinensis Fructus adix Cnidii Fructus 半枝蓮 苦冬 知粉 Isatidis Radix Hydrarovri Oxydum Rubrum William Radix 紅粉 Isatidis Radix Hydrargyri Oxydum Rubrum **輕粉** 板態

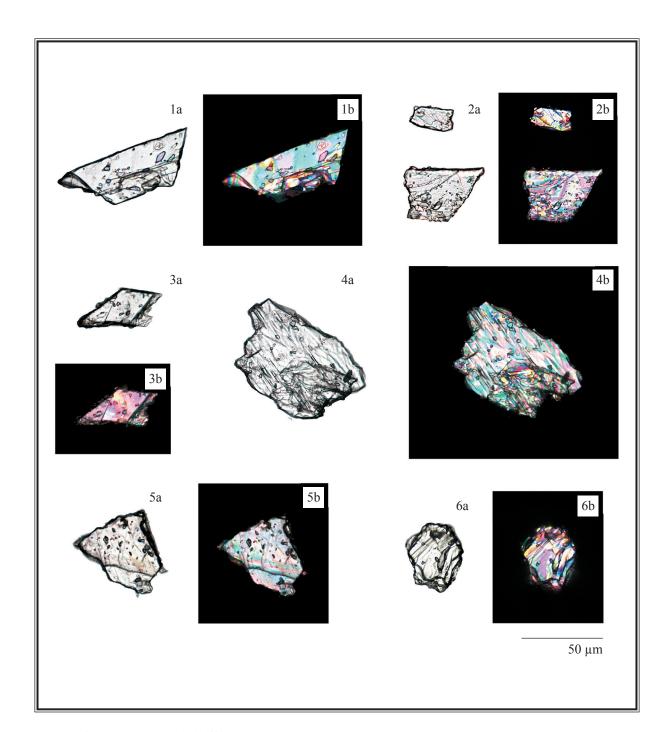


圖 2 輕粉粉末顯微特徵圖

- 1-3 邊緣平直的結晶 4-6 不規則形結晶
- a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

Fritillariae Hupe輕粉 Bulbus

积實 Artemisia Aurantii Fructus Immaturus e Herba 青蒿 Scrophula

参 / Isat pica

大青葉 Isatidis Folium lite 山茱萸 石 Corni Fructus

蒼朮 薑黄

Atractylodis Rhizoma

4.3 X-射線粉末衍射指紋圖譜鑒別(附錄XVI)

照附錄XVI進行。

對照品

氯化亞汞細粉末(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。均匀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(六硼化鑭 LaB_6 或等同)對 X- 射線 衍射儀零點漂移誤差(2 θ)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 \pm 0.05°,以證明儀器條件良好。

操作程式

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 輕粉5個特徵衍射峰的20值

峰號	20 值/°
1	21.508
2	28.264
3	40.331
4	43.893
5	58.333

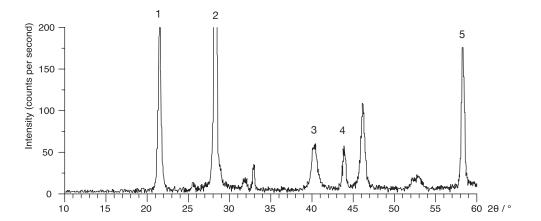


圖3 輕粉 X-射線粉末衍射對照圖譜

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所列數值的偏差($\Delta 2\theta$)均應小於 $\pm 0.2^{\circ}$ 。

5. 檢查

氯化汞限度檢查

對照品溶液

氯化鈉對照品溶液

取氯化鈉 0.165 g,置 1000-mL量瓶中,溶解於水中,加水至刻度。精密吸取 10 mL 氯化鈉對照品溶液於 100-mL 量瓶中,加水至刻度。取氯化鈉對照品溶液 7 mL 轉移於 50-mL 試管中,加 15% (w/v) 硝酸 10 mL 和水 23 mL。

供試品溶液

取本品粉末 2.0 g,置 50-mL錐形瓶中,加乙醚 20 mL,振搖 5分鐘。濾過,取濾液置水浴上蒸乾,殘渣溶於 10 mL 15% (w/v) 硝酸,加水 30 mL,取溶液轉移於 50-mL試管中。

操作程式

分別於供試品溶液和氯化鈉對照品溶液中加入1.7% (w/v) 硝酸銀溶液1 mL和水9 mL,在暗處靜置5分鐘。供試品溶液的渾濁度應低於氯化鈉對照品溶液。

6. 含量測定

照附錄XV進行。

Fritillariae Hupel輕粉 Bulbus

試劑

碘試液

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。

硫代硫酸鈉滴定液

稱取硫代硫酸鈉24.81 g和無水碳酸鈉0.2 g,置1000-mL量瓶中,加水至刻度。 澱粉指示液

稱取澱粉0.5g,溶解於5mL水中,緩緩加至100mL沸水中,混匀,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。

硫代硫酸鈉滴定液標化

精密稱取重鉻酸鉀0.15g,置250-mL錐形瓶中,加水50 mL,再加碘化鉀2.0g, 混匀。加10% (w/v) 硫酸40 mL, 在暗處靜置10分鐘。再加水250 mL。用硫 代硫酸鈉滴定液滴定,滴定至近終點時,加澱粉指示液3 mL,繼續滴定至溶 液顯亮綠色。按以下公式計算硫代硫酸鈉滴定液的濃度:

$$C_{S_2O_3^{2-}} = \frac{W_{Cr_2O_7^{2-}} \times P_{Cr_2O_7^{2-}} \times 6 \times 1000}{V_{S_2O_3^{2-}} \times Mw_{Cr_2O_7^{2-}}}$$

C_{\$203}² = 硫代硫酸鈉滴定液濃度(mol/L) 式中

> $V_{S_2O_2^{2-}}$ = 硫代硫酸鈉滴定液消耗的體積(mL)

 $Mw_{Cr_2O_7^{2-}}$ = 重鉻酸鉀的分子量(294.18 g)

 $W_{Cr_2O_7^{2-}} =$ 重鉻酸鉀的重量(g)

P_{Cr2O7²⁻} = 重鉻酸鉀的純度(%)

供試品溶液滴定

精密稱取本品粉末0.5g,置250-mL錐形瓶中,加水10 mL,精密加入碘試液 50 mL,混匀,再加50%(w/v)碘化鉀溶液8 mL。用硫代硫酸鈉滴定液滴定, 滴定至近終點時,加澱粉指示液3 mL,繼續滴定至藍色消失。記錄硫代硫酸 鈉滴定液消耗的體積,按附錄XV公式計算樣品中氯化亞汞的百分含量。 輕粉化學反應式

終點前: $Hg_2Cl_2(aq) + 6KI(aq) + I_2(aq) \Longrightarrow 2K_2HgI_4(aq) + 2KCl(aq)$

終點: $2Na_2S_2O_3(aq) + I_2(aq) \Longrightarrow Na_2S_4O_6(aq) + 2NaI(aq)$

限度

樣品中的氯化亞汞(Hg,Cl,)不得少於99.0%。