

輕粉



圖 1 輕粉外觀圖

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_2Cl_2)。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。

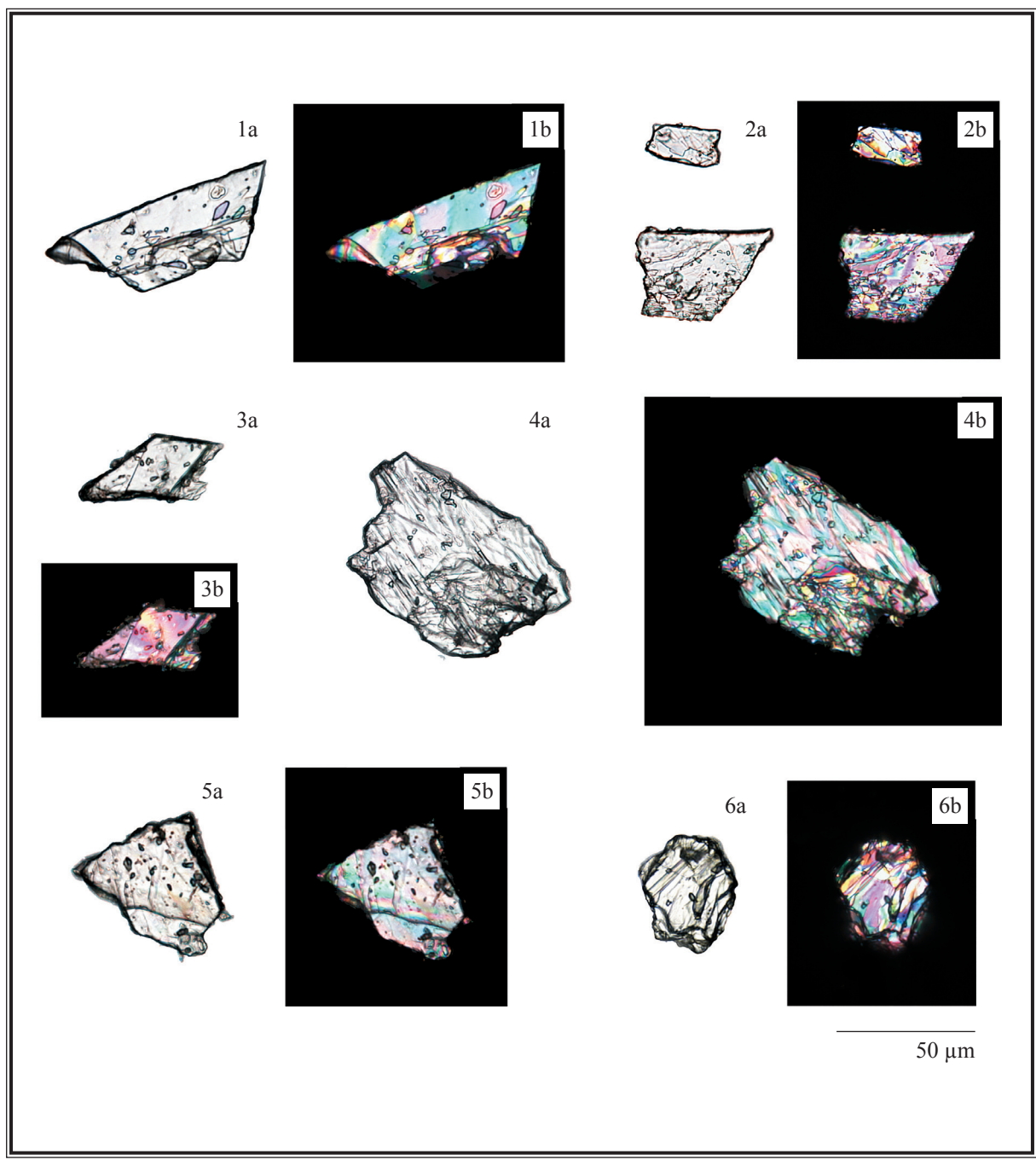


圖 2 輕粉粉末顯微特徵圖

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

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_6 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 $\pm 0.05^\circ$ ，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 2θ 值

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

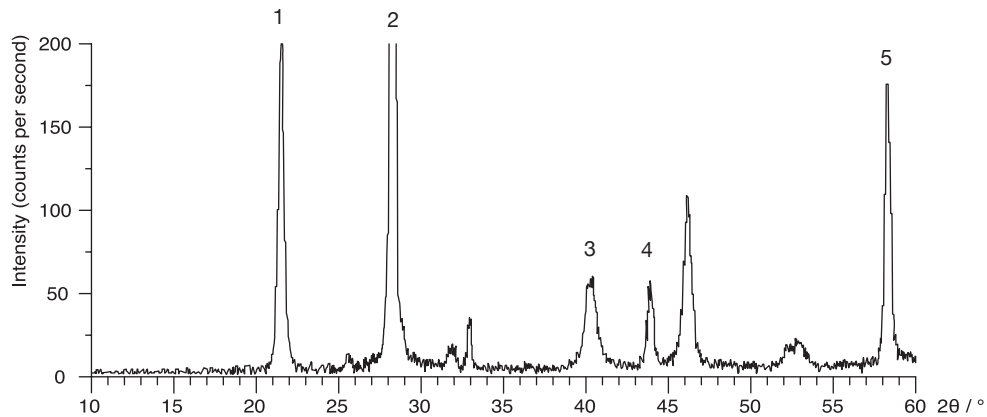


圖3 輕粉X-射線粉末衍射對照圖譜

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。

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 0.5 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。

硫代硫酸鈉滴定液標化

精密稱取重鉻酸鉀 0.15 g，置 250-mL 錐形瓶中，加水 50 mL，再加碘化鉀 2.0 g，混勻。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：

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

式中

$C_{S_2O_3^{2-}}$ = 硫代硫酸鈉滴定液濃度 (mol/L)

$V_{S_2O_3^{2-}}$ = 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)

$P_{Cr_2O_7^{2-}}$ = 重鉻酸鉀的純度 (%)

供試品溶液滴定

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 250-mL 錐形瓶中，加水 10 mL，精密加入碘試液 50 mL，混勻，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： $Hg_2Cl_2(aq) + 6KI(aq) + I_2(aq) \rightleftharpoons 2K_2HgI_4(aq) + 2KCl(aq)$

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

限度

樣品中的氯化亞汞 (Hg_2Cl_2) 不得少於 99.0%。