

朱砂

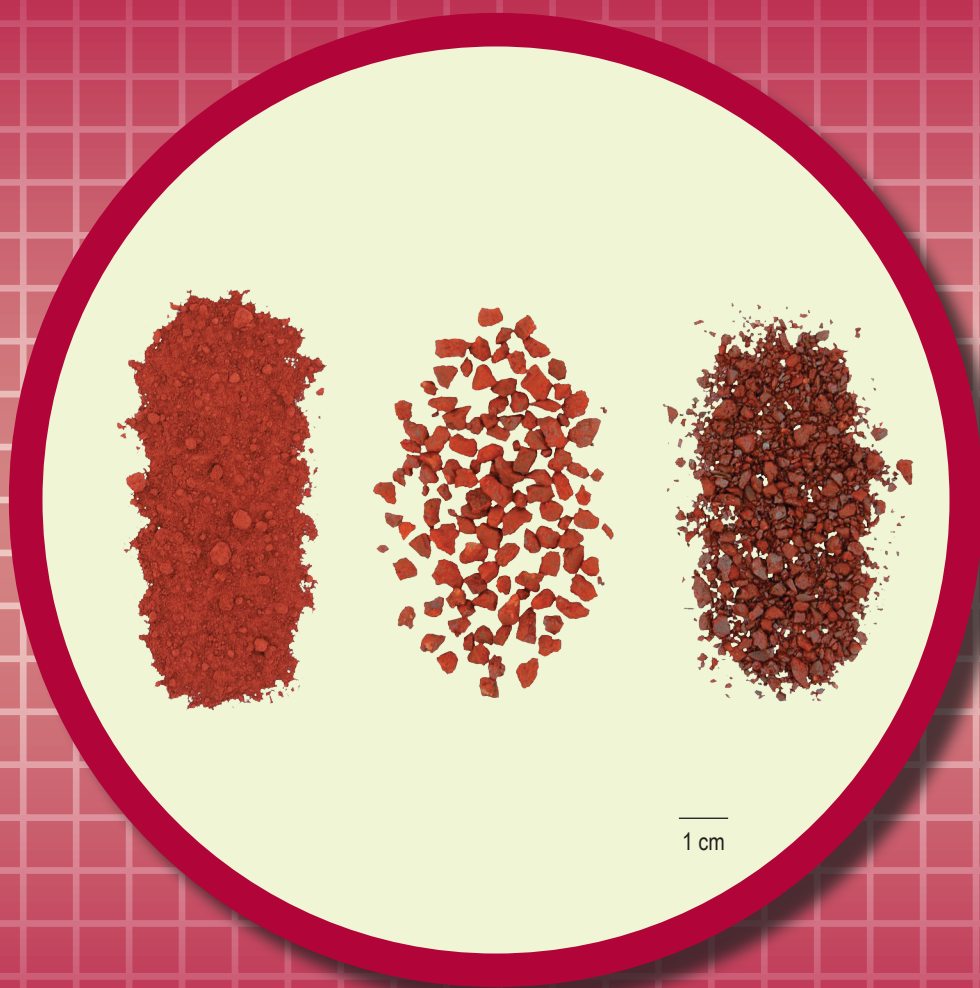


圖 1 朱砂外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Cinnabaris

中文名：朱砂

漢語拼音名：Zhusha

2. 來源

本品為礦物辰砂族辰砂，主含硫化汞(HgS)。採挖後，除去雜質。

3. 性狀

本品為粒狀、塊狀或粉狀的集合體，有些呈顆粒狀、粉狀或塊片狀。鮮紅色或暗紅色，有的表面帶鉛灰青色，具光澤；條痕紅色至褐紅色，手觸之不染色。體重，不透明或半透明。粉狀集合體者質脆，易破碎；粒狀者較堅硬。氣微(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

粉末

鮮紅色或暗紅色。結晶形狀不規則，大小不一，暗紅至鮮紅色，邊緣不平坦，顯暗黑色，有的具順直紋理。偏光顯微鏡下可見暗紅色或橙紅色，有時呈多彩狀(圖 2)。

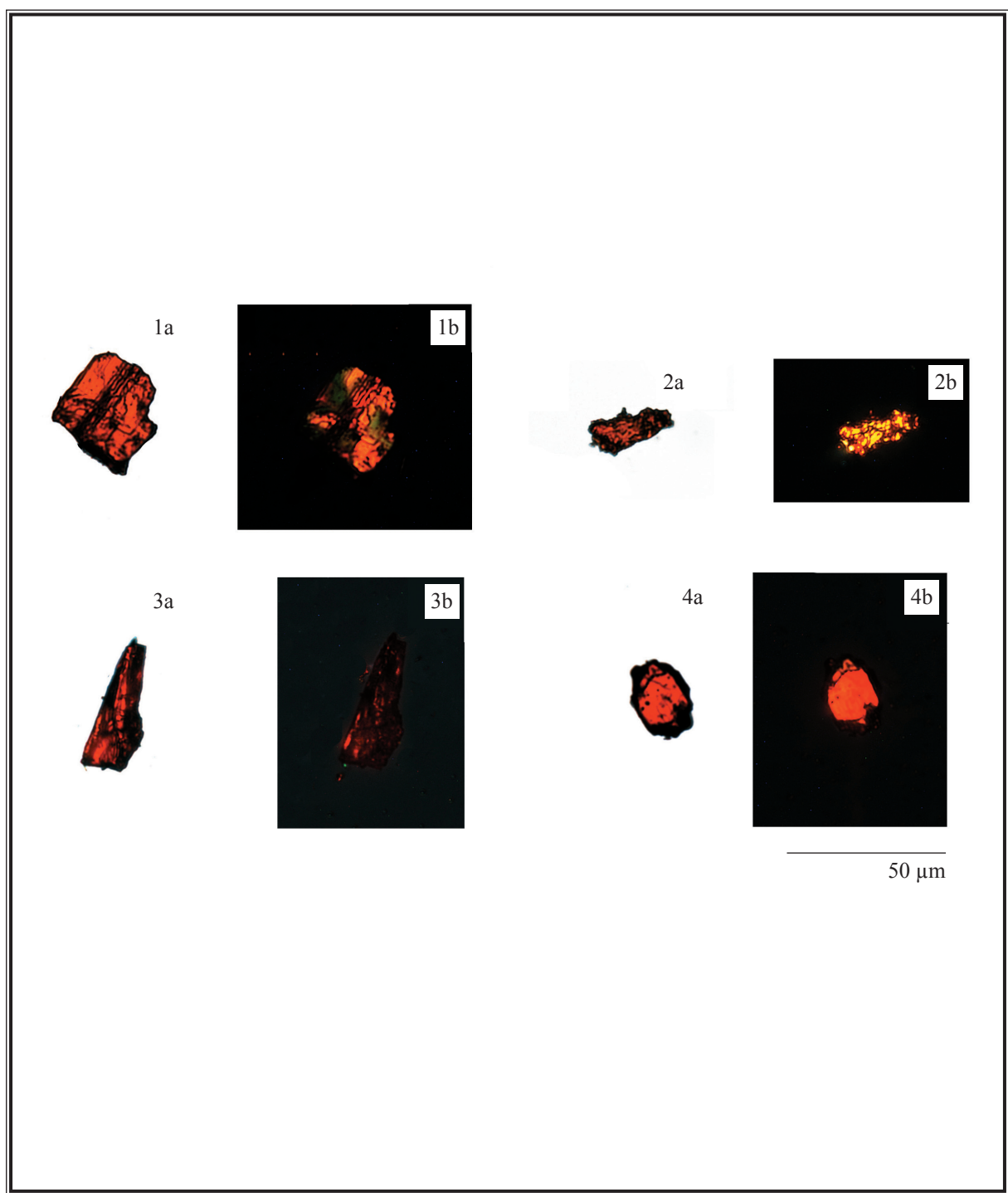


圖 2 朱砂粉末顯微特徵圖

1-4 不規則形朱砂

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

4.2 理化鑒別

供試品溶液

取本品粉末 10.0 g，置蒸發皿上，加鹽酸－硝酸(3:1, v/v) 10 mL 的混合溶液。在水浴上蒸乾，殘渣溶於 10 mL 水中。濾過。

(I) 汞鹽化學試驗

操作程序

- (a) 取 2 mL 供試品溶液轉移於試管中，加 4.3% (w/v) 氫氧化鈉溶液 2 滴，生成黃色沉澱。
- (b) 取 2 mL 供試品的中性溶液轉移於試管中，加 16.5% (w/v) 碘化鉀溶液 2 滴，生成猩紅色沉澱，加 16.5% (w/v) 碘化鉀溶液，直至猩紅色沉澱溶解。加 4.3% (w/v) 氫氧化鈉溶液 2 滴和氯化銨 0.2 g，生成紅棕色沉澱。

(II) 硫化物化學試驗

試劑

醋酸鉛試液

取醋酸鉛 10.0 g，置 100-mL 量瓶中，溶解於水中，加醋酸至溶液澄清，加水至刻度。

操作程序

- (a) 取 2 mL 供試品溶液轉移於試管中，加 5% (w/v) 氯化鋇溶液 2 滴，生成白色沉澱。沉澱不溶解於鹽酸。
- (b) 取 2 mL 供試品溶液轉移於試管中，加醋酸鉛試液 2 滴，生成白色沉澱。再加 4.3% (w/v) 氫氧化鈉溶液，生成黃色沉澱。
- (c) 取 2 mL 供試品溶液轉移於試管中，加鹽酸 2 滴，不生成白色沉澱。

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

硫化汞細粉末 (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 朱砂 6 個特徵衍射峰的 2θ 值

峰號	2θ 值 / °
1	26.592
2	28.259
3	31.285
4	43.695
5	45.872
6	51.851

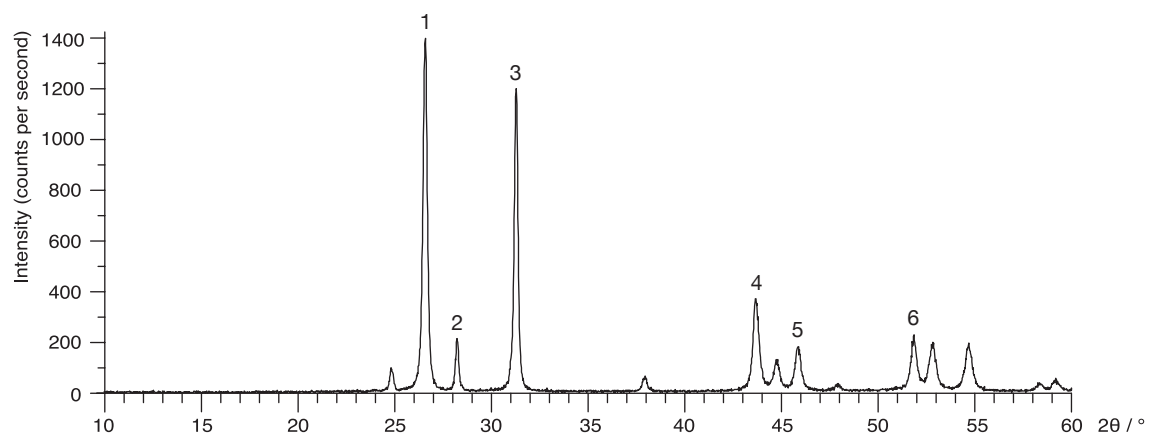


圖 3 朱砂 X-射線粉末衍射對照圖譜

供試品圖譜中應有與對照圖譜(圖3)一致的6個特徵衍射峰，並與表1所列之數值的偏差($\Delta 2\theta$)均應小於 ± 0.2 。

5. 檢查

鐵限度檢查

對照品溶液

鐵對照品溶液

取硫酸鐵銨0.863 g，置1000-mL量瓶中，溶解於水中，加硫酸2.5 mL，加水至刻度。精密吸取10 mL鐵對照品溶液，置100-mL量瓶中，加水至刻度(每1 mL相當於10 μg 的鐵)，臨用製備。

供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置100-mL圓底燒瓶中，加28% (w/v)鹽酸20 mL，加熱回流10分鐘，放冷至室溫。濾過，取濾液轉移於250-mL量瓶中，加4.3% (w/v)氫氧化鈉溶液10 mL中和溶液，加水至刻度。

操作程序

- 精密吸取10 mL供試品溶液，置50-mL量瓶中，加水25 mL，28% (w/v)鹽酸4 mL和過硫酸銨0.05 g。加30% (w/v)硫氰酸銨溶液3 mL，加水至刻度。取溶液轉移於50-mL試管中。
- 精密吸取鐵對照品溶液4 mL，置50-mL量瓶中，照(a)依法操作。供試品溶液的顏色，與鐵對照品溶液比較，不得更深。

6. 含量測定

照附錄XV進行。

試劑

硫氰酸銨滴定液

稱取硫氰酸銨3.806 g，置500-mL量瓶中，加水至刻度。

螢光素溶液

稱取螢光素0.1 g，溶解於100-mL乙醇中。

硝酸銀試液

稱取硝酸銀 1.699 g，置 100-mL 量瓶中，加水至刻度。

硝酸銀試液標化

精密稱取氯化鈉 0.2 g，置 250-mL 錐形瓶中，加水 50 mL，再加 2% (w/v) 糊精溶液 5 mL，碳酸鈣 0.1 g 和螢光素溶液 8 滴。用硝酸銀試液滴定至溶液由黃綠色變為紅色，按以下公式計算硝酸銀試液的濃度：

$$C_{\text{AgNO}_3} = \frac{W_{\text{NaCl}} \times P_{\text{NaCl}} \times 1000}{V_{\text{AgNO}_3} \times \text{Mw}_{\text{NaCl}}}$$

式中

- C_{AgNO_3} = 硝酸銀試液的濃度 (mol/L)
- V_{AgNO_3} = 硝酸銀試液消耗的體積 (mL)
- Mw_{NaCl} = 氯化鈉的分子量 (58.44 g)
- W_{NaCl} = 氯化鈉的重量 (g)
- P_{NaCl} = 氯化鈉的純度 (%)

硫氰酸銨滴定液標化

精密吸取硝酸銀試液 25 mL，置 250-mL 錐形瓶中，加水 50 mL，硝酸 2 mL 和 8% (w/v) 硫酸鐵銨溶液 2 mL。用硫氰酸銨滴定液滴定至溶液顯持久棕色，按以下公式計算硫氰酸銨滴定液的濃度：

$$C_{\text{NH}_4\text{SCN}} = \frac{C_{\text{AgNO}_3} \times V_{\text{AgNO}_3}}{V_{\text{NH}_4\text{SCN}}}$$

式中

- $C_{\text{NH}_4\text{SCN}}$ = 硫氰酸銨滴定液濃度 (mol/L)
- $V_{\text{NH}_4\text{SCN}}$ = 硫氰酸銨滴定液消耗的體積 (mL)
- C_{AgNO_3} = 硝酸銀試液濃度 (mol/L)
- V_{AgNO_3} = 硝酸銀試液消耗的體積 (mL)

供試品溶液滴定

精密稱取本品粉末 0.3 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加硫酸 10 mL 和硝酸鉀 1.5 g，加熱 10 min，放冷至室溫，加水 50 mL，再滴加 1% (w/v) 高錳酸鉀溶

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

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

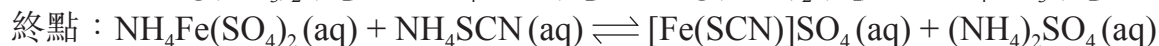
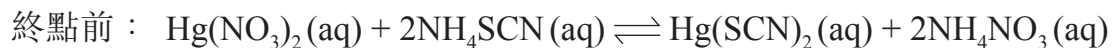
Curcumae Longae Rhizoma

薑黃

湖北貝母

Fritillariae Hupei 朱砂 Bulbus

液至顯粉紅色，再加2% (w/v) 硫酸亞鐵溶液3滴至紅色消失，加8% (w/v) 硫酸鐵銨溶液2 mL，混勻。用硫氰酸銨滴定液滴定至溶液顯持久棕色。記錄硫氰酸銨滴定液消耗的體積，按附錄XV公式計算樣品中硫化汞的百分含量。
朱砂化學反應式



限度

本品含硫化汞 (HgS) 不少於96.0%。