

X 射线衍射法测定药用滑石粉中的石棉

XRD-003

摘要：中国药典明确规定，药用滑石粉中“不得检出石棉”。本文使用岛津 X 射线衍射仪，按照中国药典要求，测定药用滑石粉中石棉含有情况，并对绿泥石对温石棉的干扰做了说明。

关键词：石棉 中国药典 岛津 X 射线衍射仪

滑石粉是一种天然存在的含水硅酸盐矿物，其主要成分为 $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ 。滑石粉是药物制剂中广泛使用的润滑剂和助流剂，其品质和杂质成分因矿源不同而有较大差异，部分矿源伴生有石棉。石棉是公认的致癌物质，其最大危害来自于它的纤维，一旦被吸入人体，石

棉纤维可多年积聚在人体内，附着并沉积在肺部，可能导致肺癌等疾病。

石棉 (Asbestos) 是天然纤维状硅酸盐类矿物的总称，可分为蛇纹石石棉和角闪石石棉两大类。



(a) 青石棉

(b) 透闪石石棉

(c) 直闪石石棉

图1 几种常见石棉实物照片

由于不同种类石棉晶体结构的差异性，利用 X 射线衍射方法可以对不同石棉进行定性与定量分析。

(1) 蛇纹石石棉又称为温石棉，在 2θ 为 12.1° 和 24.3° 附近有较强烈的衍射峰。

(2) 角闪石石棉又可分为青石棉、铁石棉、透闪石石棉、阳起石石棉及直闪石石棉等，在 2θ 为 10.5° 附近有较强烈的衍射峰。

中国药典明确规定，药用滑石粉中“不得检出石棉”。

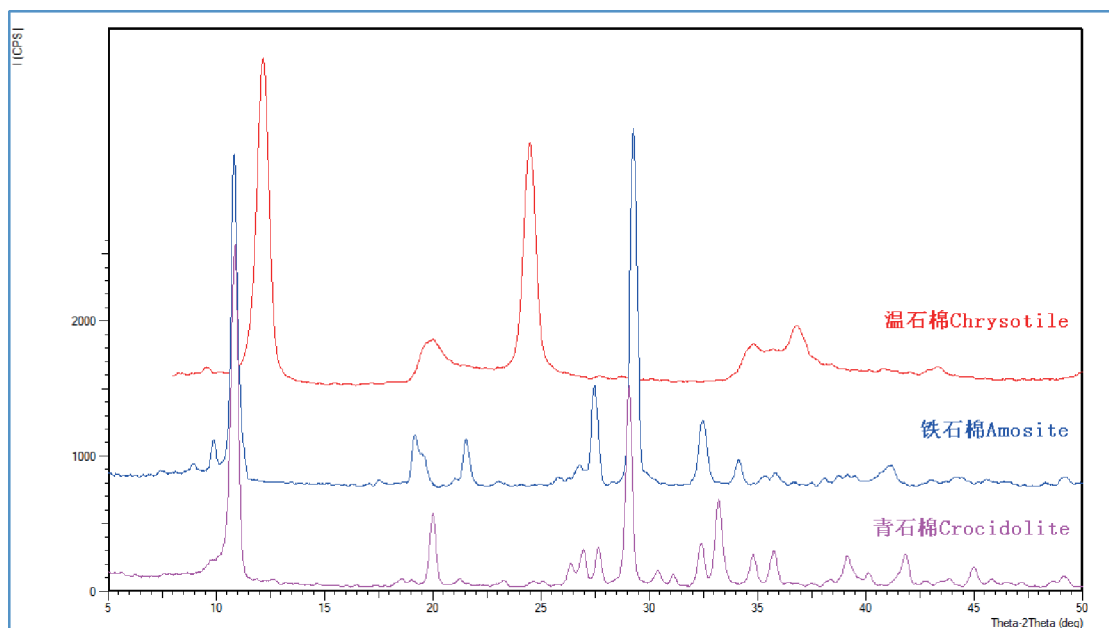


图2 纤蛇纹石石棉和闪石类石棉衍射图对比

■ 实验部分

1.1 仪器和试剂

岛津 X 射线衍射仪 XRD6100



1.2 分析条件

测试参数

X 光管电压 (XG Voltage): 40 kV

X 光管管流 (XG Current): 40 mA

扫描模式 Scan mode: 步进扫描 θ -2 θ (fixed time)

角度范围 Scan Range: 10-13°, 24-26°

步长 step: 0.02°

停留时间 Preset time: 60 s

狭缝 (Slit condition): DS -1°, SS -1°, RS -0.3 mm

强度单位 (Unit): Counts

样品处理: 取适量滑石粉填入铝制样品池, 刮平, 轻轻压实

■ 结果讨论

滑石粉衍射谱图如图 3 所示, 其中 12.5° 和 25.1° 附近的峰为绿泥石的峰. 伴随着产地和伴生情况的不同, 滑石粉中常混有少量的绿泥石, 这些绿泥石成分与滑石粉成分非常接近, 很难用化学手段去除, 由于绿泥石特征峰位为 12.5°, 与温石棉的特征衍射峰 12.1° 非常相近, 而且温石棉的衍射峰通常宽而弥散, 通常需要根据 24-26° 的出峰情况来判断温石棉的含有情况。

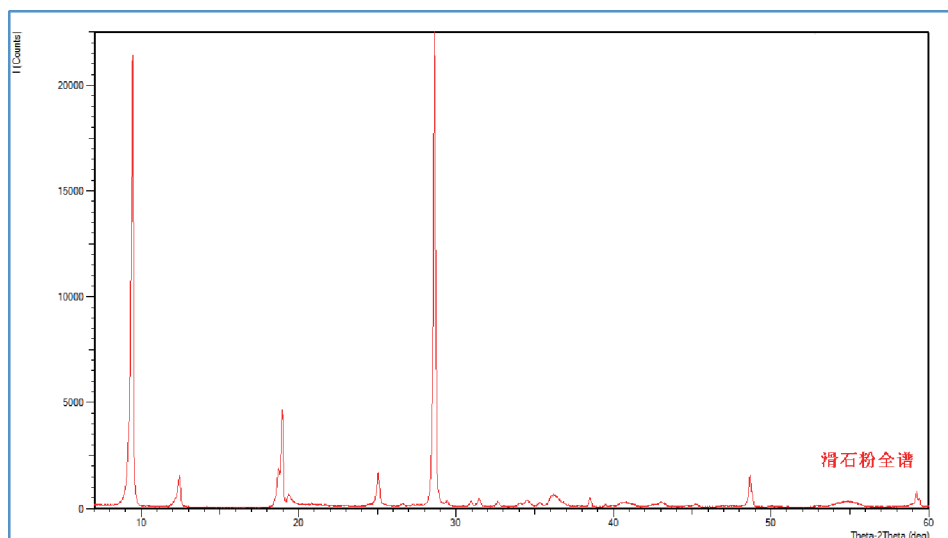


图3 滑石粉全谱图

按照中国药典给出的参数，对 10-13°、24-26° 区域进行精细扫描，得到石棉检测谱图如图 4 所示。

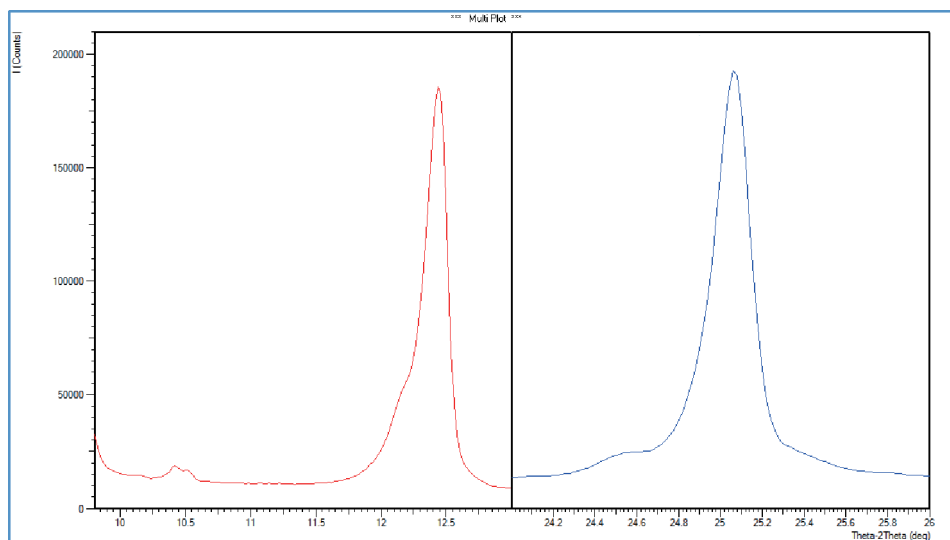


图4 滑石粉中石棉的检测

根据衍射峰情况判断，24.3° 没有衍射峰，说明样品中不含有温石棉，10.5° 附近有很弱的衍射峰，说明样品可能含有少量的角闪石类石棉，需要进一步使用显微镜确认是否有纤维状物质。这里判定在 2θ 为 12.5° 和 25.1° 的峰应为绿泥石的干扰。

■ 结论

本文根据中国药典四部的要求，使用岛津 X 射线衍射仪测试了滑石粉中石棉的含有情况，该方法操作简单，可以准确判定石棉的含有情况，对于国产滑石粉中常见的绿泥石对温石棉的干扰，本文也做了分析。