

药用蒙脱石晶型与杂质含量控制

XRD-004

摘要：蒙脱石在医药行业有广泛的应用，中国药典明确规定药用蒙脱石的晶型，并采用和蒙脱石特征峰的峰高比的办法来控制杂质含量，本文使用岛津 X 射线衍射仪，按照中国药典要求，测定药用蒙脱石的晶型和杂质含有情况，测试结果表明，使用 XRD 控制蒙脱石质量简便易行，是药企和药检机构的必备利器。

关键词：蒙脱石 中国药典 岛津 X 射线衍射仪

蒙脱石是层状结构的二八面体的硅酸盐矿物，由二层硅氧四面体中间夹铝氧八面体组成，因其特殊的晶体结构而具有良好的吸附能力、阳离子交换能力和吸水膨胀能力，在医药行业获得了广泛的应用，蒙脱石本身就是极佳的止泻药，如常见的腹泻用药思密达 (Smecta)，就是蒙脱石散剂，口服蒙脱石不被人体吸收，不进入血液循环，不影响食物的消化吸收，没有禁忌症，适用于各种人群，特别是儿童。另外蒙脱石由于具有吸水性、悬浮性、分散性、粘结性、触变性，使其作为制剂辅料具有乳化、增稠、助悬、吸附的功能，是优良的药用辅料。

蒙脱石药物质量与安全性由蒙脱石和其杂质方英石、石英、长石相的相对含量决定，其中方英石是物理提纯难以分离，并对人体健康有害因而需要严格限制的有害杂质，其含量检测有特别的意义，但是由于蒙脱石本身就是硅酸盐矿物，致使通常的化学分析方法无法分析其中的方英石 (SiO₂) 和石英 (SiO₂) 含量，X 射线衍射分析技术能够直接测试矿物的物相，在蒙脱石的质量控制方面有得天独厚的优势，在铜靶的 XRD 图谱上，蒙脱石衍射峰 2θ 在 5.8°、19.8°，方英石衍射峰 2θ 约为 22°，石英衍射峰 2θ 约为 26.7°。

2015 版中国药典二部中，明确要求控制蒙脱石的

晶型，要求其“X 射线粉末衍射图谱蒙脱石的 X 射线衍射图谱应与对照品图谱中的蒙脱石特征峰 (2θ 分别约为 5.8°、19.8°、61.9°) 一致”，并对其方英石等杂质含量提出了控制要求，以与蒙脱石特征峰 (19.8°) 的峰高比控制杂质的含量，要求“X 射线粉末衍射图谱中，方英石衍射峰的峰高比不得过 50%，其他单个杂质衍射峰的峰高比不得过 70%”。

必须指出的是，中国药典中采用峰高比评估的办法控制药用蒙脱石中方英石、石英等杂质的含量简便易行，但是在学界备受争议，这是因为该峰高比不仅与杂质的含量结晶形态有关，还与蒙脱石自身的结晶形态密切相关，还受到产地、加工过程等因素的影响，作为天然矿物，蒙脱石、方英石结晶较差，衍射峰型宽化弥散，而且蒙脱石本身就是层状结构的扁平晶体，制样时易产生择优取向，这通常会影响到衍射峰强度，不过本文不打算就此展开，有兴趣的可自行查阅相关文献。

本文展示如何利用岛津 X 射线衍射仪 (XRD) 控制药用蒙脱石晶型，并对其杂质进行分析，以判断送检样品是否符合中国药典的要求，为药企和药检机构提供简便易行的质量控制手段。

■ 实验部分

1.1 仪器和试剂

岛津 X 射线衍射仪 XRD7000



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: 连续扫描 0-20

角度范围 Scan Range: 全谱 2- 80°, 杂质确认 15-35°

步长 step: 0.02°

扫描速度 Scan speed: 全谱 2°/min, 杂质确认
1°/min

狭缝 (Slit condition): DS -1°, SS -1°, RS -0.15mm

强度单位 (Unit): CPS

样品处理: 直接测试, 取适量放于铝制样品池, 使用玻璃板轻轻压平;

结果讨论

2.1 蒙脱石全谱

2015 版中国药典明确要求, 蒙脱石的 X 射线衍射图谱应与对照品图谱中的蒙脱石特征峰 (2θ 分别约为 5.8°、19.8°、61.9°) 一致。

图 1 为某药厂送检的蒙脱石样品, 按照药典要求, 对其 2-80° 做全谱扫描得到的衍射谱。

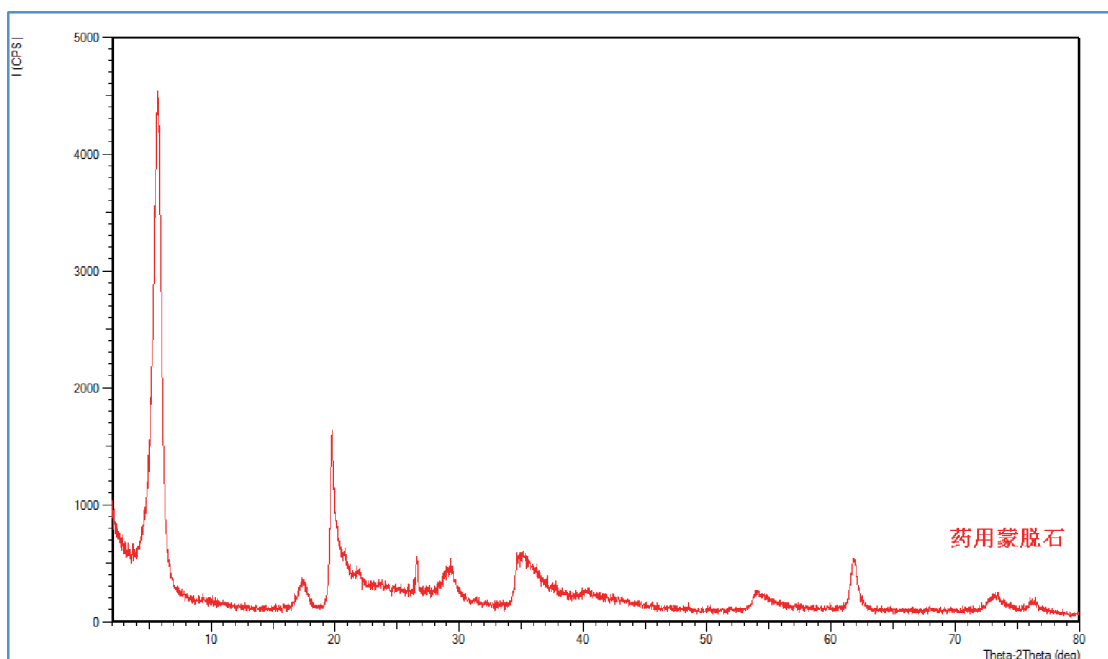


图1 药用蒙脱石全谱

从衍射图谱可以看到, 该蒙脱石样品在 5.67°、19.85°、61.8° 有衍射峰, 符合中国药典的要求。对其做物相分析可知, 26.6° 的衍射峰为石英峰, 22° 附近有微弱的方英石衍射峰。

2.2 蒙脱石中方英石及其他杂质的测试

中国药典中明确给出了药用蒙脱石杂质测试 X 射线粉末衍射条件, 在衍射角 2θ 为 15°~35° 的范围内以每分钟 1° 的速度扫描, 记录衍射图谱, 以图谱的基线为底线, 分别量取蒙脱石特征峰 (2θ 约为 19.8°)、方英石衍射峰 (2θ 约为 22.0°) 和其他杂质衍射峰的峰顶至底线的高度, 计算各峰高相对于蒙脱石特征峰高的比值。

按照中国药典给出的参数, 对 15°~35° 区域进行精细扫描, 得到衍射谱图如图 2 所示。

根据衍射峰情况判断, 样品中方英石、石英等杂质的峰高比明显符合中国药典的要求, 以 19.8° 蒙脱石特征峰为基准, 方英石衍射峰 (约 22°) 的峰高比未超出 50%, 石英衍射峰 (26.6°) 及其他杂质衍射峰的峰高比未超出 70%。

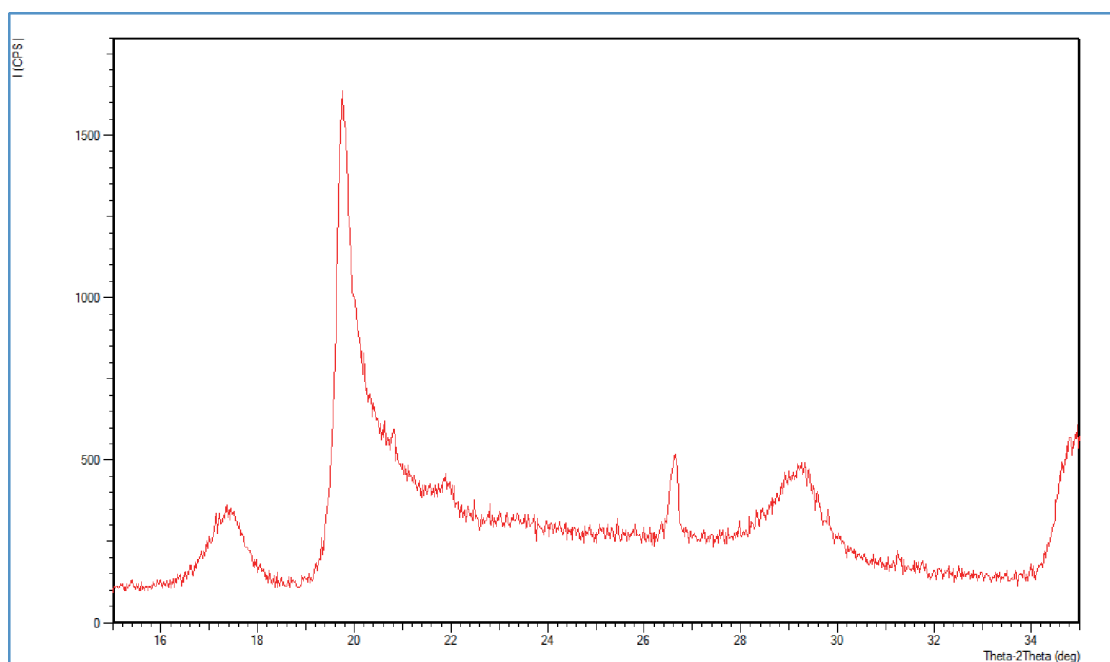


图2 蒙脱石中杂质的检测

■ 结论

本文根据中国药典二部的要求，使用岛津 X 射线衍射仪测试了药用蒙脱石的晶型及杂质含有情况，该方法操作简单，可用于判定蒙脱石晶型及杂质情况是否符合中国药典的要求，为药企和药检机构提供简便易行的质量控制手段。