

氟尿嘧啶脱氧核苷中氟离子的检查

浙江省药品检验所 冯 明

在制定氟尿嘧啶脱氧核苷质量标准时，对“氟离子的检查”一项是参照美国药典20版5-氟去氧尿苷(Floxuridine)项下，应用氟离子选择性电极进行比较改进试验后拟订的，兹将实验情况叙述于下。

一、仪器及试液

(一) PXD-3型数字式离子计，201型氟离子选择性电极，802型单液接甘汞电极(均为江苏泰县无线电厂生产)。

(二) 缓冲液(pH 5.25)的配制 取氯化钠55g与枸橼酸钠0.5g置1000ml量瓶中，加水350ml使溶解，小心地加氢氧化钠75g，振摇使溶解，冷却至室温，搅拌并小心地加入冰醋酸225ml至冷溶液中，冷却，加入异丙醇300ml，加水稀释至1000ml即得。

(三) 对照品溶液的制备 精密称取在120℃干燥至恒重的氟化钠22.1mg，置100ml量瓶中，加水20ml使溶解，再加0.04%氢氧化钠液1ml，用水稀释至刻度(每1ml中含氟离子100μg)。

二、对照品溶液的浓度与电位值的关系

1. 分别取对照品溶液0、1.0、2.0、4.0ml，置10ml量瓶中，加缓冲液5ml，加水至10ml摇匀，随即转移至烧杯中，用氟离子电极——甘汞电极分别测定其电位^[1]见表1。

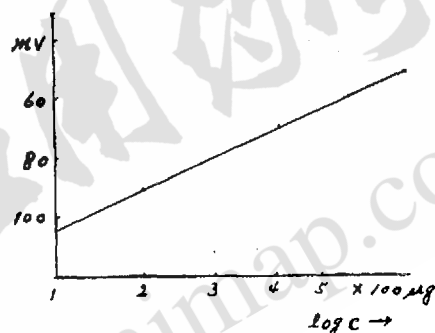
2. 分别取对照品溶液0.1—0.9ml，置10ml量瓶中，相当每1ml含1，2，3，—9

表2

对照品溶液取用量 (100μg/ml)	水	洗	0.1ml	0.2ml	0.3ml	0.4ml	0.5ml	0.6ml	0.7ml	0.8ml	0.9ml
相当氟离子			10μg	20μg	30μg	40μg	50μg	60μg	70μg	80μg	90μg
电位值(mv)	电极空白电位 +235		+115	+97	+87	+79	+73	+69	+60	+61	+58

表1

对照品溶液取用量 (100μg/ml)	水	洗	1.0ml	2.0ml	4.0ml
相当氟离子			100μg	200μg	400μg
电位值(mv)	电极空白电位 +233		+107	+90	+73



ml以下同上法测定……结果如表2。

由于国产原料氟离子量甚微，我们选用氟离子浓度为1—9μg/ml，用半对数坐标低作E—log C校正曲线，(一)(二)次试验结果表明，浓度与电位值能符合线性关系。

3. 样品的测定结果见表3。

测定三批供试品氟离子浓度均
<0.005%。

三、测定方法的拟订

为简化实验操作，认为可采用一管对照品溶液作氟离子的限度检查，结果较为满意，已收载在我省标准中，具体方法如下：

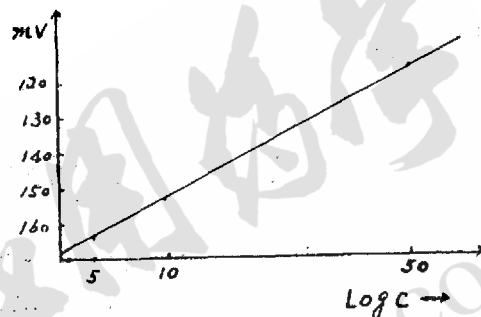
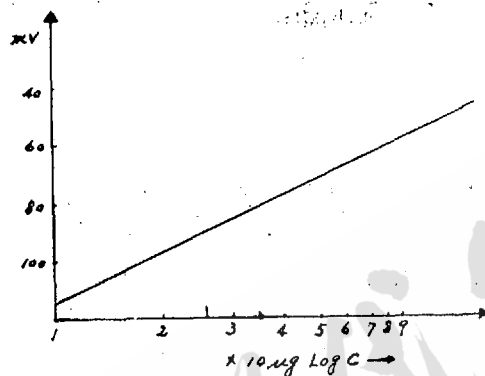


表 3

取用量	对 照 品 溶 液			供 试 品			1g
	水 洗	0.05ml	0.1ml	0.5ml	811001批	810601批	810901批
相当氟离子		5μg	10μg	50μg	测得为6μg 0.0006%	测得为9.5μg 0.0009%	测得为12.5μg 0.0012%
电位值(mv)	电极空白电位 +234	+164	+154	+125	+161	+154	+149

测定方法 精密量取对照品溶液 1.0ml 和精密称定供试品 1g, 分别置 100ml 量瓶中, 用 pH 5.25 缓冲液稀释至刻度, 随即转移至烧杯中, 用氟离子电极——甘汞电极分别测定其电位, 供试品电位对氟电极的响应应小于对照品溶液电位 (即本品含氟离子不得过 0.01%)

如测定仪器浓度与电位关系不呈线性时, 仍应取数份梯度量的对照品溶液, 制备校正曲线, 再根据供试品的电位值, 求出氟离子的量。

参 考 文 献