

氟离子选择电极法测定脱敏凝胶中主药的含量

任 耘 张秋爽¹(天津 300052 天津医科大学总医院药剂科;¹天津 300070 天津生化制药厂)

摘要 目的:建立脱敏凝胶中主药含量测定的方法。方法:采用氟离子选择电极法进行测定。结果:含量测定平均回收率为 99.9%。结论:该方法简便、灵敏、专属性强,适用于该产品的质量控制。

关键词 氟离子选择电极法;脱敏凝胶;氟化钠

Determination of the Primary Drug in Desensitization Gel with Fluoride Ion selective Electrode

Ren Yun, Zhang Qiushuang¹ (General Hospital of Tianjin Medical University, Tianjin 300052; Tianjin Biochemistry Pharmaceutical Factory, Tianjin 300070)

ABSTRACT OBJECTIVE:To establish a sensitive and specific assay method for the determination of the primary drug content in desensitization gel. **METHOD:**Fluoride ion-selective electrode assay was adopted. **RESULTS:**The average recovery was 99.9%. The within day precision and daytime precision were less than 1.87%. **CONCLUSION:**The assay used was simple, sensitive and specific and applicable for quality control of product.

KEY WORDS fluoride ion-selective electrode, desensitization gel, sodium fluoride

牙齿敏感症是口腔科常见病、多发病,是牙齿对来自外源性酸、甜、冷、热及机械刺激而引起的异常酸软、疼痛感觉、影响进食、语言等正常生活。近年来,全球报告本病者较多。脱敏凝胶是用于治疗牙齿敏感症的有效药物,其主药为氟化钠,为了保证其药品质量,必须对其含量进行检测。本文采用氟离子选择电极的直接电位双标比较计算法测定该制剂中主药氟化钠的含量^[1,2]。

1 仪器与试剂

PHS-25C 型酸度计,PF-1 型氟离子选择电极(均为上海雷磁仪器厂);232 型甘汞电极(上海电光器件厂);氟化钠(分析纯,天津市化学试剂一厂,批号:980626);脱敏凝胶(含氟化钠 1%,自制);其余试剂均为分析纯,水为去离子水。

2 含量测定

2.1 线性关系考察

2.1.1 总离子调节缓冲液(TISAB)的配制:取氯化钠 58g、冰醋酸 57 ml 及二水柠檬酸钠 0.3g 溶于 500 ml 去离子水中,加 160 ml 氢氧化钠(5 mol/L)使 pH 在 5.5~6.0 之间,加去离子水至 1000 ml,摇匀,贮存于塑料瓶中,备用。

2.1.2 氟标准应用液的制备:精称 120℃干燥 2h 的氟化钠约 1.1050g 于 100 ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀。精密量取 1 ml 于 100 ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得 50 μgF⁻/ml。

2.1.3 线性关系考察:精密量取氟标准应用液 1.2、3.4、5、6、7 ml 置 50 ml 量瓶中加 TISAB 液至刻度,摇匀,倒入塑料杯中,在磁力搅拌下,以氟离子选择电极和饱和甘汞电极测定各溶液的电位。其回归方程为:lgC = 3.7834 + 0.0153 E, r = 0.9999 (n = 5),表明氟离子浓度在 1~7 μg/ml 范围内,浓度的对数与电位值线性关系良好。

2.2 回收率实验

2.2.1 氟标准溶液的制备:分别精密量取氟标准应用液 1、3、5、7 ml 至 50 ml 量瓶中,加 TISAB 液至刻度,摇匀,得不同浓度的氟标准溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备:精密称定 120℃干燥 2h 的氟化钠约 22.1 mg,按处方比例称取空白基质,于 200 ml 量瓶中去离子水至刻度,摇匀,过滤,精密量取续滤液 2、4、6 ml 至 50 ml 量瓶中,配制含氟化钠高、中、低三种浓度的样品溶液,分别加 TISAB 液至刻度,摇匀。

2.2.3 回收率测定:用电位法分别测定氟标准溶液和样品溶液的电位值,以两点法计算回收率。计算公式为:

$$\lg C_{\text{样}} = \frac{(\lg C_b - \lg C_a)(E_{\text{样}} - E_a)}{E_b - E_a} + \lg C_a$$

(a 为低于样品溶液浓度的氟标准溶液, b 为高于样品溶液浓度的氟标准溶液; C、E 分别为溶液的浓度和电位值。)

结果见表 1。

表 1 回收率试验结果 (n = 5)

加入量(μg ml ⁻¹)	测得量(μg ml ⁻¹)	回收率(%)	RSD(%)
2.00	2.01	100.2	1.5
4.01	4.00	99.7	1.4
6.01	6.00	99.9	1.2

2.3 精密度考察 按回收率测定方法同法测定,日内连续测定 5 次,连续测定 5d,计算日内标准差,日间标准差(RSD),结果见表 2。

表 2 精密度试验结果

加入量(μg ml ⁻¹)	日内相对标准差(%)	日间相对标准差(%)
2.00	1.49	1.73
4.01	1.54	1.87
6.01	1.28	1.36

2.4 辅料干扰性试验 按处方准确配制空白基质,以下按“供试品溶液的制备”从“加去离子水至刻度 ……”起同法操作,结果电位值为 $-339\text{ mV} \sim -340\text{ mV}$ ($n = 3$),与本实验所配制的 TISAB 液的电位值基本相当,说明辅料不干扰测定。

2.5 稳定性试验 取回收实验中氟标准应用液 5 ml,至 50 ml 量瓶中,以下按“供试品溶液的制备”从“加去离子水至刻度 ……”起同法操作,分别于 1, 2, 4, 6, 8h 测定电位值,结果电位值在 $\pm 0.5\text{ mV}$ 范围内波动,表明氟化钠的测定液在 8h 内电位值稳定。

2.6 样品含量测定 精密称定样品约 2.21g(相当于精密称定约 22.1 mg 的 NaF),以下按“供试品溶液的制备”从“于 200 ml 量瓶中 ……”起同法操作测定电位值,结果见表 3。

表 3 样品含量测定结果($n = 3$)

批号	测定结果(NaF % .g/g)	相当于标示量(%)
1	0.9682	96.8
2	0.9657	96.6
3	0.9767	97.7
4	0.9486	94.9
5	0.9542	95.4
6	0.9890	98.9

3 讨论

3.1 采用离子选择电极法测定溶液中氟离子浓度是一个比较成熟的方法,根据 Nernst 方程,溶液中的电动势 E 与 $\lg F^-$ 成线性关系^[2],从实验结果可知,在制剂含量测定的氟离子浓度所在区间电位值 E 与 $\lg F^-$ 线性关系良好。

3.2 由于在测定过程中影响因素较多,不宜用固定的标准曲线测定含量。因此,每次测定时,应选择在样品液理论浓度附近,同时平行作两份氟标准液对照,采用两点法计算含量,这样可提高测定的准确性。从实验结果可见,含量测定的回收率结果较好,表明该方法准确可靠。

3.3 在含量测定方法的研究中,曾使用过茜素氟兰比色法,线性关系不理想($r < 0.996$),且操作复杂。

3.4 该实验结果表明,采用氟离子选择电极法测定脱敏凝胶中氟化钠的含量可行,准确性高,适用于医院制剂检验。

参考文献

- 1 李军,刘克江. 离子选择电极法测定龋得防含漱剂中氟化钠的含量. 中国医院药学杂志, 1995, 15(2): 65.
- 2 周天杰,赵语,蒋学华等. 氟化钠缓释片的含量测定及稳定性试验. 华西药学杂志, 1998, 13(4): 258.