

初探纸层法分析放射性 药物的 R_f 值—汞离子的析层行为

陈素珍 李文英

(中国原子能科学研究院, 北京)

关键词 氯化汞 (^{203}Hg), R_f 值放射性药物, 纸层法。

一、引言

放射性药物的放化纯度是该产品的质量指标之一, 其鉴定分析方法, 多采用纸层法和高效液相色谱法。无论那一种方法都得预先使用对照品(标准品)进行条件试验, 以确定放射性组分的峰位, 它们各以比移值 R_f 和保留时间 t_R 来表示。美国药典^[1]对放化纯度项目的鉴定大多数采用在相同实验条件下与对照品对比以确定峰位, 而我国药典^[2]尚未给予注意。作者试图对纸层法的 R_f 值进行初步的探讨。

我们在汞丙脎(^{203}Hg)注射液的放化纯度的实验研究中, 发现在同一色层条件下其杂质汞离子浓度对 R_f 值有着明显的影响, 而迄今在有关文献论述影响 R_f 值的因素中从未指出试样量的影响问题, 实验结果表明在选择对照品的用量上应给予恰当的注意, 才能得到准确的放化纯度, 这对放射性药物的质量检定有一定的意义。

二、实验部分

1. 试剂、样品与仪器

甲醇、浓氨水和氯化汞等均为分析纯。

显色剂, 2mg/ml双硫脲的2%冰乙酸乙醇溶液。

标准品, 氯化汞(^{203}Hg)溶液($(1665-1.5) \times 10^6 \text{Bq/ml}$, 84—0.2mg Hg^{2+}/ml)和氯化汞生理盐水溶液(100—0.5mg Hg^{2+}/ml)。

标准汞硫酸溶液, $10 \times 10^{-3} \text{mg Hg}^{2+}/\text{ml}$ 。

EA-120A型 γ 色层扫描仪。

2. 实验方法

(1) 纸层实验方法参考文献[3]。展开剂为甲醇:1mol/l氨水=1:1, (V/V)等, Whatman No.1 纸和国产新华纸1, 2和3号($4 \times 20\text{cm}$), 层析前沿为15cm。显色剂使汞离子处显橘红色。放射性图谱和计数在放射性色层扫描仪上获得。自显影图由放射性纸条制得。

(2) 氯化汞(^{203}Hg)溶液的汞含量按双硫脲萃取比色法^[4]测定而获得。

1987年8月13日收到。

三、结果和讨论

1. 展开剂对 R_f 值的影响

(1)不同体系的展开剂 氯化汞(^{203}Hg)溶液在四种不同展开剂^[5, 6]中的层析结果(表1)表明,汞离子在不同展开剂中有不同的 R_f 值。表(1)的序2中组分吡啶是一种本身易形成络合剂的有机溶剂,能提高 R_f 值。

表1 汞(^{203}Hg)离子的 R_f 值*

序	展开剂, V/V	前沿15cm, 展开时间, min	R_f 值
1	甲醇:1 mol/l氨水(1:1)	135	0.05
2	吡啶:正戊醇:水(7:7:6)	235	0.9
3	乙醇:1 mol/l氨水(4:1)	168	0
4	乙醇:磷酸盐缓冲液(1:1), pH7.4	280	0.08

* 本表所列的展开剂均是用于研究放射性汞丙脒(^{203}Hg , ^{197}Hg)注射液的放化纯度。

(2)不同pH的展开剂 配制四种不同pH(11.6, 11, 10.8和10.6)的甲醇:氨水=1:1, (V/V)展开剂, 0.9mg Hg^{2+} /ml氯化汞(^{203}Hg)溶液在其中的层析结果(图1)表明,展开剂的pH对 R_f 值有一定的影响。当pH减少时,汞离子在固定相中溶解度增大,使展开时不易移动, R_f 值变小。

2. 浓度对 R_f 值的影响

五种不同浓度(100, 50, 5, 2和0.5mg Hg^{2+} /ml)的氯化汞溶液,在展开剂 甲醇:1 mol/l氨水=1:1, (V/V)中的层析结果,表明其 R_f 值有着明显的差异。当汞离子浓度在5mg Hg^{2+} /ml以上时, R_f 值均为零,此时汞与氨相互作用生成沉淀物于原点;而小于5mg Hg^{2+} /ml随着浓度的减小, R_f 值相应由零增至0.1左右。

图2示出五种不同浓度的氯化汞(^{203}Hg)溶液(放射性活度为 $(174-16.7) \times 10^6 \text{Bq/ml}$)的

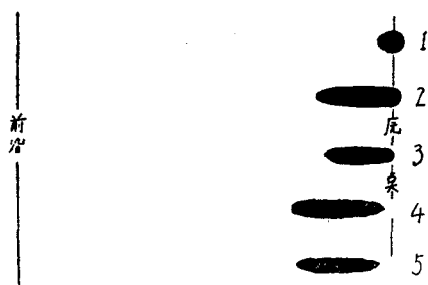


图2 氯化汞(^{203}Hg)溶液的层析图
浓度, mg Hg^{2+} /ml: 1—84; 2—4.2;
3—2.1; 4—1; 5—0.8。

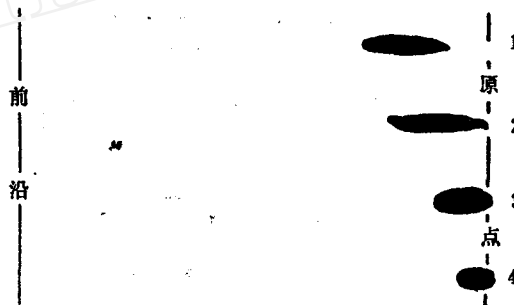


图1 汞(^{203}Hg)离子在甲醇:氨水=1:1
中的层析图

pH: 1—11.6; 2—11; 3—10.8; 4—10.6。

层析结果自显影图。由图可见,当汞离子(^{203}Hg)浓度较大时,如上已述,其 R_f 值为零,形成以原点为中心的一个圆形(图中1);随着浓度的下降,汞离子从原点向上延伸了(图中2和3);当浓度变得更稀时,汞离子离开原点向上延伸(图中序4和序5)。由此可见,汞离子浓度对层析的 R_f 值有着明显的影响。

3. 温度对 R_f 值的影响

图3示出上述五种不同浓度的氯化汞

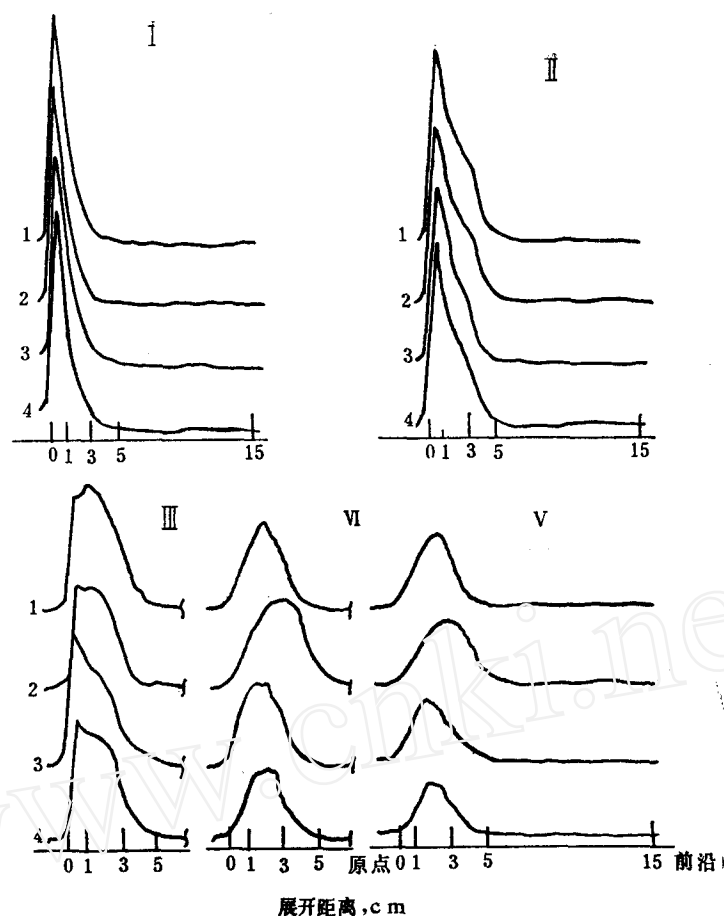


图3 氯化汞 (^{203}Hg) 溶液在不同温度和浓度下的层析图
 层析温度, $^{\circ}\text{C}$: 1—5; 2—17; 3—28; 4—37; 溶液浓度,
 mgHg/ml: I—84; II—4.2; III—2.1; IV—1; V—0.8.

(^{203}Hg) 溶液各在四种不同温度 (5, 17, 28 和 37°C) 下的层析行为, 结果表明层析温度对 R_f 值影响不明显。这是因为本展开剂是个互溶的体系, 对温度变化不敏感之故。

此外, 我们还考察了 $0.8\text{mg Hg}^{2+}/\text{ml}$ 氯化汞 (^{203}Hg) 溶液在四种不同色层纸 (whatman No.1 和新华 2, 1 和 3 号纸) 上的层析结果, 其汞离子的 R_f 值相近; 其展开速度相应递减。七种不同 pH (<2, 2, 3, 4.1, 5, 6.1 和 7) 的 $0.5\text{mg Hg}^{2+}/\text{ml}$ 氯化汞溶液的层析结果, 表明溶液的酸度对 R_f 值没有影响。

四、结 论

1、纸层法的 R_f 值随着层析条件改变而变化, 其中不同的浓度和展开剂对汞离子的层析 R_f 值有着明显的影响。

2. 采用甲醇: 1mol/l 氨水 = 1:1, (V/V) 为展开剂, whatman No.1 纸, 层析前沿为 15cm, 汞离子浓度 $<5\text{mg/ml}$ 时, 其 R_f 值 >0 。

3. 放射化学纯度项目的鉴定中, 其对照品的用量应相近于所分析组分在该产品中的含

量,这在产品质量分析中应给予重视。

卫生部药检所韩秀菊、傅莉成、王志清和本院王世城参加了部分实验,孟福英为本工作提供氯化汞(^{203}Hg)溶液,谨在此一并致谢。

参 考 文 献

- [1] United States Pharmacopeial Convention, The United States Pharmacopoeia, Rockville, Md., 21th revision, 1985, p. 545, 834, 1127.
- [2] 中国卫生部药典委员会, 中华人民共和国药典(二部), 1985年, 第248页。
- [3] 陈素珍等, 药物分析杂志, 2, 284 (1982)。
- [4] 中国科学院原子能研究所, 科技成果报告 [80] -014 内部资料, 1980, 第13页。
- [5] Hallaba, E. et al., *J. Nucl. Medicine*, 8, 686 (1967)。
- [6] Burianek, J. et al., *J. Labelled Compounds*, 9, 224 (1970)。

PRELIMINARY STUDY ON THE R_f VALUES FOR RADIOACTIVE PHARMACEUTICALS BY PC —CHROMATOGRAPHIC BEHAVIOUR FOR THE MERCURY ION

CHEN SUZHEN LI WENYING

(Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275, Beijing)

ABSTRACT

This paper describes the R_f values under different experimental conditions by paper chromatography, which has been applied to determine the radiochemical purity of radioactive pharmaceuticals. It is found that the R_f values depend strongly on sample concentration and the kind of developer used.

Key words Mercury (^{203}Hg) chloride, R_f values, Radioactive pharmaceuticals, Paper chromatography.