

洛美沙星选择性电极的制备及应用

顾金林 沈 鸿¹ (嘉兴 314001 嘉兴市药品检验所;¹嘉兴市第一医院)

摘要 目的:制备一种以洛美沙星与四苯硼钠缔合物为活性物的 PVC 膜洛美沙星选择性电极。方法:用此电极以标准曲线法对盐酸洛美沙星及二种制剂进行含量测定。结果:电极的响应范围 $10^{-1} \sim 10^{-5}$ mol/L,斜率为 51.4 mV/pC,测得平均回收率为 98.1%,RSD=2.6%($n=8$)。结论:方法灵敏度高,操作简便,结果与 HPLC 法相符。

关键词 洛美沙星;聚氯乙烯膜电极;离子选择性电极

Preparation and application of selective electrode of lomefloxacin

ABSTRACT OBJECTIVE:A PVC membrane lomefloxacin(LFLX) selective based on LFLX and sodium tetrachenylborin molecular association complex is prepared. **METHOD:**The electrode has been used for the determination of LFLX and its preparations by standard curve method. **RESULTS:**The electrode exhibits response for LFLX with a slope of 51.4 mV/pC over the concentration range of $10^{-1} \sim 10^{-5}$ mol/L. The average recovery was 98.1% with a RSD of 2.6% ($n=8$). **CONCLUSION:**The method has good sensitivity, and the procedures of this method is simple. The results obtained agreed with those by HPLC method.

KEY WORDS lomefloxacin, polyvinyl chloride membrane electrode, ion selective electrode

洛美沙星(lomefloxacin)是新一代喹诺酮类抗菌药。临床上用于呼吸系统及泌尿系统感染。它的测定方法一般采用高效液相色谱法^[1,2]、紫外分光光度法^[3]、荧光分光光度法^[4]。本文以洛美沙星与四苯硼钠的分子缔合物为电活性物质,制备了PVC膜洛美沙星选择性电极,并用于原料及二种制剂的含量测定。方法简便,结果与标准规定方法相符。

1 仪器与试剂

pHS-3C酸度计(上海第二分析仪器厂);聚氯乙烯粉(PVC,武汉葛店化工厂);盐酸洛美沙星对照品(HPLC图谱无杂质峰,非水滴定法测定含量为99.98%);其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 电极的制备

2.1.1 电活性物的制备 取盐酸洛美沙星对照品0.388g,用0.1 mol/L醋酸溶液溶解并稀释至100 ml,在搅拌下加入100 ml四苯硼钠滴定液(0.02 mol/L)^[5],静置,用4号玻璃垂熔漏斗抽滤,滤渣用水充分洗涤至呈中性,60℃减压干燥即得。

2.1.2 电极的制备 称取上述电活性物质约15 mg,加入邻苯二甲酸二丁酯0.6 ml,PVC粉200 mg和四氢呋喃5 ml,搅拌均匀后倾于水平的不锈钢圆环内,自然晾干,即得透明的敏感膜。选取大小、厚度适宜的敏感膜,用5%PVC四氢呋喃溶液粘接于塑料电杆上。以Ag/AgCl作内参比电极, 5×10^{-3} mol/L的洛美沙星溶液作内参比液。电极使用前在 5×10^{-3} mol/L的洛美沙星溶液中活化30 min并用水冲洗。测定时,以饱和甘汞电极为参比电极。

2.2 电极性能的测试

2.2.1 电极的斜率 准确配制盐酸洛美沙星水溶液 $10^{-1} \sim 10^{-7}$ mol/L的一系列标准溶液,测定相应的电位值E(mV, 25℃)。结果在 $10^{-1} \sim 10^{-5}$ mol/L范围内E值对lgC呈线性关系。斜率为51.4 mV/pC, $r = 0.9987$ ($n=7$)。

2.2.2 pH值对电极的影响 分别考察 10^{-3} mol/L和 10^{-4} mol/L洛美沙星溶液在不同pH值(1~12)下的电位值变化。结果pH值在1~5时电位值基本恒定。

2.2.3 电极的稳定性及重现性 将电极在 $10^{-1} \sim 10^{-4}$ mol/L洛美沙星溶液中反复测定不同浓度下的电位值变化,结果均在 ± 2 mV之内。各浓度下电位值的标准偏差均小于0.3 mV。另外,还测定了电极连续使用二个月后,其线性区间和

斜率保持不变。

2.2.4 电极的选择性 用分别溶液法,测定电极对8种化合物的选择性系数(K_{ij} ; $C_i = C_j = 10^{-3}$ mol/L)。结果见表1。

表1 选择性系数测定结果

干扰物质	k_{ij}	干扰物质	k_{ij}
氯化钠	8.3×10^{-4}	葡萄糖	5.8×10^{-4}
氯化钾	2.5×10^{-3}	维生素C	4.4×10^{-4}
氯化铵	9.0×10^{-3}	柠檬酸	5.9×10^{-3}
硝酸银	7.7×10^{-4}	苯甲酸	1.3×10^{-3}

2.2.5 回收率测定 采用标准曲线法测定盐酸洛美沙星在不同加入量的回收率。其平均值为98.1%;RSD=2.6% ($n=8$)。

2.3 应用

2.3.1 直接电位法 取市售的盐酸洛美沙星及胶囊、颗粒剂各2批。采用标准曲线法测定含量。所得结果列于表2。

表2 样品测定结果

样品	直接法 ¹⁾	电位法 ¹⁾	HPLC法 ¹⁾
原料1	99.9%	99.6%	100.8% ²⁾
原料2	100.9%	99.2%	99.2% ²⁾
胶囊1	104.0%	102.8%	103.1%
胶囊2	97.5%	98.7%	99.2%
颗粒1	91.4%	92.6%	92.5%
颗粒2	94.9%	96.6%	95.8%

1) 原料药为百分含量,制剂为百分标示量,均为三次测定平均值。

2) 非水滴定法测定结果。

2.3.2 电位滴定法 取上述各样品,用四苯硼钠滴定液(0.02 mol/L)进行滴定分析。以本文所制备的洛美沙星选择性电极为指示电极,电位法指示终点。测定结果见表2。

3 讨论

3.1 四苯硼钠与有机含氮化合物定量产生沉淀的组成 视分子中氮原子数目及其碱性而定。盐酸洛美沙星分子中含有三个氮原子,但与四苯硼钠的结合比为1:1。结构中仅碱性较强的仲胺基与四苯硼钠产生反应。在电位滴定时,pH值应控制在1~4之间。

3.2 盐酸洛美沙星分子中含有仲胺,易发生乙酰化反应 在用非水滴定法测定含量时,须用水分测定法测定滴定液的含水量并控制含水量为0.01%~0.2%。本文采用离子选择

性电极法测定含量,操作简单,选择性好,方法不受辅料的影响,既可用于原料药,又可用于制剂的测定。

参考文献

- 1 黄卫平,刘放.反相高效色谱法测定洛美沙星含量.中国抗生素杂志,1998,23(5):386.
- 2 李焕德,阎小华,彭文兴,等.盐酸洛美沙星颗粒剂血药浓度

测定法及其人体生物利用度研究.中国药房,1996,7(2):73.

- 3 夏忠福,蒋燕,彭爱萍.紫外分光光度法测定洛美沙星片含量.现代应用药学,1992,9(6):267.
- 4 马琳,储秋萍,邵志高.荧光分光光度法测定盐酸洛美沙星胶囊含量.中国抗生素杂志,1996,21(1):17.
- 5 中国药典.二部.2000:附录177.

收稿日期:2001-04-27